

Controlo de qualidade: gestão de equipamentos e auditorias técnicas a métodos de ensaio

Edite Maria Tiago Gomes Martins

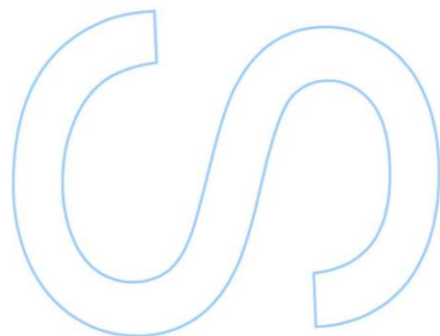
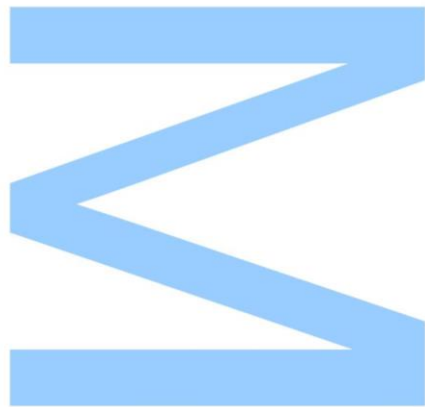
Mestrado em Bioquímica
Departamento de Química e Bioquímica
2017

Orientador (Faculdade)

Nuno Filipe da Cruz Baptista Mateus, Professor Associado,
Faculdade de Ciências, Universidade do Porto

Orientador (Empresa)

André Oliveira, Engenheiro Alimentar,
Silliker Portugal S.A.

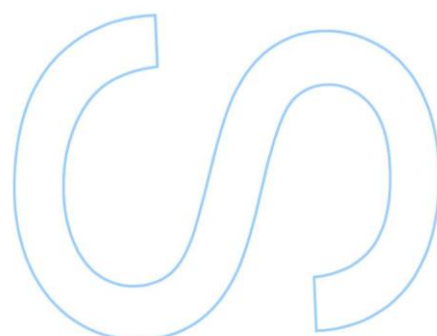
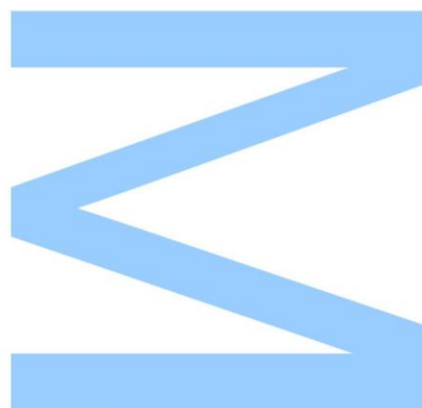




Todas as correções determinadas pelo júri, e só essas, foram efetuadas.

O Presidente do Júri,

Porto, ____/____/____



RESUMO

A globalização do mercado alimentar, de investimento, produção, oferta e procura compulsivos, faz da qualidade uma ferramenta determinante para as atividades dos agentes económicos e para a vida dos consumidores. O estabelecimento de uma competitividade sustentável, transparência e confiança na segurança dos alimentos leva à necessidade de regulamentar o mercado de forma uniforme, através da criação de um sistema de certificação e acreditação de produtos e serviços. A acreditação funciona, contudo, como um regulador técnico e não económico, garantindo que a otimização de custos não diminui a competência técnica, nem compromete a confiança na execução das atividades que estão acreditadas.

A acreditação de laboratórios químicos de ensaio e calibração é realizada de acordo com a norma ISO/IEC 17025. O reconhecimento formal do cumprimento dos seus requisitos garante que os laboratórios produzem resultados fiáveis e proporcionam-lhes uma posição diferenciada e consolidada no mercado.

O estágio curricular foi realizado num laboratório acreditado, segundo a norma NP EN ISO/IEC 17025. O seu objetivo foi a aquisição de competências inseridas na gestão da qualidade, especificamente, a gestão de equipamentos, a realização de auditorias técnicas a métodos de ensaio de química clássica e métodos instrumentais de análise, a resolução de não-conformidades e outras atividades com a finalidade de melhorar o Sistema de Gestão de Qualidade implementado.

Palavras-chave: Auditorias técnicas; Controlo de qualidade; Gestão de equipamentos; Laboratório químico; Métodos instrumentais de análise; ISO/IEC 17025; Produtos agroalimentares.

ABSTRACT

Globalization of the food market associated with compulsive investment, production, supply and demand, makes quality an essential tool for the activities of economic agents and for the life of consumers. Establishing sustainable competitiveness, transparency and confidence in food safety leads to the need of regulating the market consistently, through the creation of a system of certification and accreditation of products and services. Accreditation works, however, not as an economic regulator but as a technical one, ensuring that cost optimization does not neither diminish technical competence nor compromises the confidence in the execution of accredited activities.

Accreditation of chemical testing and calibration laboratories is carried out in accordance with ISO/IEC 17025. Formal recognition of the fulfillment of its requirements ensures that laboratories produce reliable results and provides them with a differentiated and consolidated position in the market.

This curricular internship was carried out in an accredited laboratory, according to the norm NP EN ISO/IEC 17025. Its main goal was the acquisition of competences inserted in quality management, specifically, equipment management, technical audits of classical chemistry tests and instrumental methods of analysis, as well as the resolution of non-conformities and other activities that improved the implemented Quality Management System.

Keywords: Agri-food products; Chemical laboratory; Instrumental methods of analysis ISO/IEC 17025; Equipment management; Quality control; Technical audits.

ÍNDICE

Resumo	v
Abstract	vii
Índice de figuras	xi
Índice de tabelas.....	xii
Siglas e acrónimos	xiii
1. Enquadramento	1
2. Empresa	3
3. Acreditação.....	5
4. NP EN ISO/IEC 17025.....	7
4.1. Introdução à norma.....	7
4.2. Requisitos de gestão	9
4.2.1. Organização.....	9
4.2.2. Sistema de Gestão.....	9
4.2.3. Controlo de documentos	10
4.2.4. Análise de consultas, propostas e contratos	11
4.2.5. Subcontratação de ensaios e calibrações	11
4.2.6. Aquisição de produtos e serviços	11
4.2.7. Serviço ao cliente.....	12
4.2.8. Reclamações	12
4.2.9. Controlo de trabalho de ensaio e/ou de calibração não conforme	12
4.2.10. Melhoria	13
4.2.11. Ações corretivas.....	13
4.2.12. Ações preventivas.....	13
4.2.13. Controlo de registos	14
4.2.14. Auditorias internas	14
4.2.15. Revisões pela gestão.....	15
4.3. Requisitos técnicos.....	16
4.3.1. Generalidades.....	16
4.3.2. Pessoal	16
4.3.3. Instalações e condições ambientais	16
4.3.4. Métodos de ensaio e calibrações e validação dos métodos	17
4.3.5. Equipamentos	18
4.3.6. Rastreabilidade das medições	19
4.3.7. Amostragem.....	20
4.3.8. Manuseamento dos itens a ensaiar ou calibrar	20
4.3.9. Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e de calibração.....	20

4.3.9.1. Controlo da Qualidade em Análises Químicas	21
4.3.10. Apresentação dos resultados	22
5. Gestão de equipamentos	25
5.1. Calibração externa das micropipetas e verificação da aptidão	25
6. Auditorias	29
6.1. Introdução	29
6.2. Auditorias técnicas	29
6.3. tratamento de não-conformidades	32
6.4. Não-conformidades e oportunidades de melhoria constatadas	35
7. Conclusão	47
8. Referências bibliográficas	49
9. Anexos	53
9.1. Anexo 1 – NP 1987:2002 – Carnes e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência	53
9.2. Anexo 2 – NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	69
9.3. Anexo 3 – NP 477:1983 – Leites. Determinação da cinza total	81
9.4. Anexo 4 – NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência	96
9.5. Anexo 5 – NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	109
9.6. Anexo 6 – ISO 17189:2003 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	120
9.7. Anexo 7 – ISO 7238:2004 (IDF 104_2004) – Butter. Determination of pH of the serum – Potentiometric method	139
9.8. Anexo 8 – Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	154
9.9. Anexo 9 – PAFQ.197.0 Determinação da acidez	168
9.10. Anexo 10 – PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	180
9.11. Anexo 11 – PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	198
9.12. Anexo 12 – EN ISO 1736:2008 – Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method).	218

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Representação de uma etiqueta de calibração das micropipetas.	27
Figura 2 – Representação do impresso IQ.87.3 Cálculo da composição em ácidos gordos na amostra, com duas colunas de apresentação dos resultados, com arredondamento às décimas e centésimas.	33
Figura 3 – Representação do novo impresso para o cálculo da composição em ácidos gordos na amostra, com uma coluna de apresentação dos resultados com arredondamento às centésimas.	34

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Média dos resultados da calibração de uma micropipeta.	26
Tabela 2 - Avaliação da aptidão da micropipeta.....	27
Tabela 3 – Relatório de auditoria ao método NP 1987:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.....	53
Tabela 4 – Relatório de auditoria ao método NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	69
Tabela 5 – Relatório de auditoria ao método NP 477:1983 – Leites. Determinação da cinza total.	81
Tabela 6 – Relatório de auditoria ao método NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.....	96
Tabela 7 – Relatório de auditoria ao método NP 875:1994 – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	109
Tabela 8 – Relatório de auditoria ao método ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	120
Tabela 9 – Relatório de auditoria ao método ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	139
Tabela 10 – Relatório de auditoria ao método Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.....	154
Tabela 11 – Relatório de auditoria ao método PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	168
Tabela 12 – Relatório de auditoria ao método PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	180
Tabela 13 – Relatório de auditoria ao método PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	198
Tabela 14 – Relatório de auditoria ao método ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	218

SIGLAS E ACRÓNIMOS

BIPEA	–	<i>Bureau Interprofessionnel des Etudes Analytiques</i>
CEE	–	Comunidade Económica Europeia
CG	–	Cromatógrafo Gasoso
DG	–	Diretor Geral
DPCS	–	<i>Daily process control sample</i>
DQ	–	Departamento da Qualidade
EA	–	<i>European Co-operation for accreditation</i>
ECI	–	Ensaio de Comparação Interlaboratorial
EGI	–	Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade Industrial
EMA	–	Erros Máximos Admissíveis
EN	–	<i>European Standart</i>
FAME	–	<i>Fatty Acid Methyl Ester</i>
FAPAS	–	<i>Food Analysis Perfomance Assessment Scheme</i>
FQ	–	Físico-Química
HPLC	–	<i>High Perfomance Liquide Chromatography</i>
IDF	–	<i>International Dairy Federation</i>
IEC	–	<i>International Electrotechnical Comission</i>
ILAC	–	<i>International Laboratory Accreditation Cooperation</i>
IPAC	–	Instituto Português da Acreditação
IQ	–	Impresso da Qualidade
ISO	–	<i>Internation Organization for Standardization</i>
LIMS	–	<i>Laboratory Information Management System</i>
MIA	–	Métodos Instrumentais de Análise
MQ	–	Manual da Qualidade
MRC	–	Material de Referência Certificado
MRI	–	Material de Referência Interno
NA	–	Não aplicável
NC	–	Não-conformidade/não conforme
NP	–	Norma Portuguesa
PAFQ	–	Procedimento de Análise Físico-Química
PCE	–	Procedimento de Calibração/Verificação do Equipamento
PCQ	–	Procedimento de Controlo de Qualidade
PEQ	–	Procedimento de Utilização de Equipamento
PGL	–	Procedimento Geral de Laboratório

PGQ	–	Procedimento de Gestão de Laboratório
RSD	–	<i>Relative Standard Deviation</i>
RTQ	–	Responsável Técnico de Química
SI	–	<i>International System of Units</i>
SOP	–	<i>Standard Operating Procedure</i>
SG	–	Sistema de Gestão
SGQ	–	Sistema de Gestão da Qualidade
TLC	–	<i>Thin Layer Chromatography</i>
UV/VIS	–	Ultravioleta/Visível
VIM	–	Vocabulário Internacional de Metrologia

1. ENQUADRAMENTO

Se por um lado a abundância descreve o mercado abastecedor de alimentos, por outro, observa-se a expansão de tecnologias inovadoras, com o objetivo de aumentar a produção alimentar, como solução para a fome no mundo e abastecimento das sociedades industrializadas. Assiste-se, por isso, a mudanças nos padrões alimentares das populações e à globalização da indústria alimentar, que se reflete num aumento das trocas comerciais entre países e na entrada simultânea no mercado de produtos equivalentes, em todo o mundo. Esta realidade gera uma desconfiança crédula por parte dos consumidores e leva à necessidade de regulamentar a indústria alimentar, de forma a assegurar uma competitividade justa entre os agentes económicos e a segurança dos alimentos. A segurança alimentar garante que os alimentos em circulação estão aptos para consumo, isto é, estão livres de contaminantes biológicos, químicos ou físicos, e que os aditivos presentes se encontram dentro dos limites toxicológicos aceitáveis. Por outro lado, a informação nutricional é essencial no processo de produção, sendo que a rotulagem também se figura cada vez mais regulamentada e relevante para os consumidores.

Esta realidade reflete a importância crescente dos organismos de prestação de serviços ao setor agroalimentar, nomeadamente, os laboratórios de análise. Para irem de encontro às necessidades da indústria e consolidarem a sua posição no mercado, os laboratórios necessitam de assegurar que os resultados que produzem são rigorosos e fiáveis. Nesse sentido, o reconhecimento formal da sua competência técnica para a realização de determinadas atividades, ou seja, a acreditação, é essencial para a garantia da qualidade exigida. A uniformização dos critérios de avaliação de competências dos laboratórios de ensaio e/ou calibração é assegurada pela implementação de um sistema de qualidade adequado e está sob o controlo do referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025.

A norma NP EN ISO/IEC 17025 está dividida em requisitos técnicos e de gestão. Um dos requisitos de gestão é a necessidade de realizar auditorias internas, que são realizadas pelo próprio organismo ao seu Sistema de Gestão e são uma ferramenta essencial no diagnóstico de falhas no mesmo, pois verificam a conformidade dos requisitos normativos. As auditorias internas englobam as auditorias técnicas, que têm a finalidade de avaliar a conformidade dos requisitos dos métodos de ensaio e/ou calibração realizados. A adequabilidade dos equipamentos e a sua correta gestão, de forma a garantir uma performance que satisfaça as exigências, é um requisito técnico

da norma NP EN ISO/IEC 17025. Ambos são essenciais na garantia de qualidade do Sistema de Gestão adotado pelo laboratório.

2. EMPRESA

A *Silliker Portugal S.A.* é uma empresa independente de prestação de serviços de análises e assessoria ao setor agroalimentar, sediada na freguesia de Canelas, em Vila Nova de Gaia.

A empresa foi fundada em 1992 com a designação EGI – Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade, Ltda. e a acreditação do laboratório foi concedida em 1993. Atualmente, a acreditação abrange alimentos e produtos agroalimentares, águas, análises veterinárias e efluentes líquidos (Consultado em <http://www.ipac.pt/pesquisa/acredita.asp>). O aumento da importância e procura de serviços de qualidade e segurança alimentar refletiu o crescimento da empresa, que em 2008 foi adquirida pelo grupo *Silliker*, alterando a sua denominação para *Silliker Portugal S.A.*. O grupo *Silliker*, que tem precisamente 50 anos de existência, está sediado nos Estados Unidos da América e tem presença mundial, contando com mais de 80 laboratórios acreditados, segundo a ISO/IEC 17025 (Consultado em <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/historia>).

A *Silliker* é parte integrando do grupo *Mérieux NutriSciences*, desenvolvida, por sua vez, pelo Instituto *Mérieux*, líder na prestação de serviços para vários setores industriais e de saúde pública, incluindo as áreas da segurança alimentar e nutrição (Consultado em <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/institut-merieux>). O compromisso da *Merieux NutriSciences* é a garantia de excelência dos seus serviços, com o objetivo de melhorar a saúde e bem-estar dos consumidores (Consultado em <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/visao-missao-valores>).

De igual forma, a *Silliker Portugal* garante a qualidade dos seus serviços, que incluem análises microbiológicas, químicas e sensoriais, consultadoria em segurança alimentar, rotulagem ou legislação, auditorias, inspeções, formação, investigação e tecnologia, e mais recentemente, o serviço de análises aos materiais de embalagem (MQ *Silliker*).

A excelência do laboratório baseia-se numa política de qualidade bem consolidada, que garante que todos os ensaios realizados são executados de acordo com os métodos adequados, com os requisitos dos clientes e segundo o referencial normativo NP EN ISO/IEC 17025. Para além disso, estão sujeitos a um rigoroso controlo de qualidade interno e são geridos segundo o padrão global de gestão da qualidade do grupo *Silliker* (Consultado em <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/silliker/sobre-a-silliker/sobre-a-silliker/garantia-da-qualidade-dos-servicos-analiticos>). O compromisso de melhoria contínua, a atualização permanente de procedimentos e equipamentos e a

competência da sua equipa asseguram a qualidade do serviço prestado e promovem uma relação duradoura e de confiança com os clientes, cumprindo deste modo a missão da empresa (Consultado em <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/silliker/sobre-a-silliker/silliker-Portugal>).

3. ACREDITAÇÃO

A cooperação entre diferentes organismos, a nível mundial, é possível através da harmonização e adoção de referenciais normativos e procedimentos internacionais, e tem como base sistemas de acreditação e certificação, que se diferenciam quanto aos objetivos e normas que utilizam.

A certificação é uma atividade de avaliação da conformidade, que demonstra que a entidade tem um sistema de gestão credível. A acreditação é voluntária, a menos que exista um enquadramento legislativo que identifique a acreditação como condição necessária para o exercício da atividade, e consiste no reconhecimento da competência de uma entidade para efetuar determinadas atividades de avaliação da conformidade, como ensaios, calibrações, certificações ou inspeções. Este reconhecimento tem como base normas internacionais aceites, para garantir o reconhecimento mútuo das creditações (Consultado em <http://www.ipac.pt/faqs/faqs.asp>).

O ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation) é o organismo responsável pelo reconhecimento da competência a nível internacional. Cada estado-membro da união europeia tem um organismo nacional de acreditação. Em Portugal, é atribuída essa função ao IPAC (Instituto Português de Acreditação).

As vantagens da acreditação são a diferenciação das entidades perante o mercado, o aumento da confiança e da probabilidade de se tomarem decisões certas, a obtenção de investimentos de valor acrescentado e a garantia da aposta numa melhoria contínua e da aceitação internacional dos produtos. Para os consumidores, as vantagens são a confiança na escolha e o acesso a produtos internacionais, a preços competitivos. Para o estado, os benefícios assentam na delegação de tarefas de interesse nacional a terceiros, mantendo simultaneamente o controlo e vigilância (Consultado em <http://www.ipac.pt/ipac/funcao.asp>).

A acreditação aplicável a laboratórios químicos de ensaio e calibração é realizada segundo a norma ISO/IEC 17025 e fornece uma avaliação objetiva da competência técnica dos laboratórios, assegurando a precisão, exatidão e repetibilidade dos resultados analíticos. O âmbito da acreditação é o conjunto das atividades ou ensaios que estão acreditados e pode descrever-se de forma flexível, fixa ou mista (DRC005).

Adicionalmente aos requisitos definidos no referencial, os laboratórios químicos, devem cumprir 4 critérios fundamentais, que são a calibração de equipamentos de medição física, a calibração analítica, o controlo da qualidade em análises químicas e os resultados das análises químicas (DRC005).

4.NP EN ISO/IEC 17025

4.1. INTRODUÇÃO À NORMA

A NP EN ISO/IEC 17025 é a versão portuguesa de uma norma internacional, que serve de base para o reconhecimento da competência de laboratórios de ensaio e calibração. O seu uso facilita a cooperação entre laboratórios, a harmonização de normas e procedimentos e a aceitação dos resultados.

Foi publicada pela primeira vez em 1999, pela *International Organization for Standardization* (ISO), substituindo o guia ISO/IEC 25 e a norma EN 45001 (NP EN ISO/IEC 17025).

Ao longo desta norma, existem referências cruzadas com a norma ISO 9001, cuja conformidade garante que os organismos possuem um bom sistema de gestão da qualidade. A conformidade com a presente norma não abrange todos os requisitos da ISO 9001, que por si só também não demonstra a competência do laboratório para produzir resultados tecnicamente válidos. Ainda assim, dada a atualização da ISO 9001 em 2000 e a necessidade de considerar as modificações efetuadas, a ISO/IEC 17025 foi revista em 2005, sendo esta a edição em vigor (NP EN ISO/IEC 17025).

A norma aplica-se a entidades que realizem ensaios e calibrações, independentemente do número de pessoas ou extensão das suas atividades. O seu objetivo é o desenvolvimento dos Sistemas de Gestão da Qualidade e para as atividades administrativas e técnicas. Não é um referencial para a certificação de laboratórios nem contempla os requisitos regulamentares e de segurança para o funcionamento de um laboratório (NP EN ISO/IEC 17025;OGC001).

Os requisitos estão divididos em dois grandes grupos: os requisitos de gestão e os requisitos técnicos, por sua vez divididos nos seguintes tópicos:

Requisitos de gestão

- Organização
- Sistema de Gestão
- Controlo de documentos
- Análise de consultas, propostas e contratos
- Subcontratação de ensaios e calibrações
- Aquisição de produtos e serviços
- Serviço ao cliente
- Reclamações
- Controlo de trabalhos de ensaio não conformes
- Melhoria
- Ações corretivas
- Ações preventivas
- Controlo de registos
- Auditorias internas
- Revisões pela gestão

Requisitos técnicos

- Generalidades
- Pessoal
- Instalações e condições ambientais
- Métodos de ensaio e validação dos métodos
- Equipamento
- Rastreabilidade das medições
- Amostragem
- Manuseamento dos itens a ensaiar
- Garantir a qualidade dos resultados de ensaio
- Apresentação dos resultados

4.2. REQUISITOS DE GESTÃO

4.2.1. ORGANIZAÇÃO

O laboratório ou a organização que integra deve ter identidade jurídica própria, sendo necessário evidenciar a sua existência legal, assim como o cumprimento dos requisitos aplicáveis à sua área de atividades acreditadas (OGC001).

As atividades acreditadas devem ser identificadas no Manual da Qualidade, incluindo a localização da realização das mesmas.

Devem ainda estar identificadas todas as atividades do laboratório ou da entidade que o integra, que possam gerar conflito de interesses ou pressões internas/externas, assim como a descrição da sua gestão, com o compromisso de que estes conflitos não comprometam a integridade e imparcialidade do laboratório (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

A proteção da informação e propriedade dos clientes tem de ser assegurada e todos os colaboradores estão vinculados ao sigilo profissional (OGC001).

As responsabilidades e autoridades do pessoal técnico e de gestão devem estar bem especificadas e deve existir um organograma funcional atualizado, onde estão discriminadas as unidades técnicas, os respetivos responsáveis e as relações interdepartamentais e hierárquicas.

É recomendável que o laboratório privilegie formas de comunicação registadas, e esta deve ser realizada com vista a eficácia do sistema de gestão (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.2.2. SISTEMA DE GESTÃO

O Sistema de Gestão implementado deve ser adequado ao âmbito das atividades do laboratório, assim como todas as políticas, incluindo políticas de qualidade. As políticas do SG do laboratório devem contemplar uma declaração de política de qualidade, onde devem estar incluídos o compromisso com as boas práticas laboratoriais e qualidade dos resultados dos ensaios e/ou calibrações, assim como uma declaração de compromisso dos colaboradores com o SG e com o seu melhoramento contínuo, sem esquecer o cumprimento dos requisitos da norma (NP EN ISO/IEC 17025).

Estas políticas devem estar documentadas no Manual da Qualidade, que tem a finalidade de explicar a terceiros, a forma como o laboratório funciona e se organiza para cumprir os requisitos da NP EN ISO/IEC 17025 (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

O MQ deve apresentar a estrutura documental do SG, organizado segundo a seguinte hierarquia (OGC001; MQ *Silliker*):

- MQ - descreve a estrutura documental utilizada no SG, apresenta a empresa, a sua política da qualidade e define os objetivos de cada um dos requisitos do SG.
- Procedimentos complementares ao MQ, como procedimentos de gestão e/ou qualidade – descrevem o modo como são aplicadas no laboratório os requisitos do SG.
- Procedimentos técnicos, como procedimentos gerais do laboratório, relativos aos ensaios e equipamentos – descrevem as regras gerais de funcionamento do laboratório, dos equipamentos e da realização dos ensaios e/ou calibrações.
- Registos, como relatórios dados de ensaios, relatórios de ensaios e auditorias internas – constituem o suporte para a organização e sistematização dos registos do sistema da qualidade.

A integridade do SG deverá ser assegurada pela gestão de topo (NP EN ISO/IEC 17025).

4.2.3. CONTROLO DE DOCUMENTOS

O controlo de documentos abrange todos os regulamentos, normas, métodos de ensaio e/ou calibração, *software*, especificações, instruções ou manuais que digam respeito ao SG, quer se tratem de documentos internos ou externos, em suporte físico ou informático. Todos estes documentos devem ser revistos e aprovados antes da sua emissão e a sua utilização e disponibilidade deverá ser de acordo com o designado. Esta informação deve constar numa lista de controlo ou equivalente (NP EN ISO/IEC 17025).

Os documentos devem ser inequivocamente identificados e periodicamente revistos, garantindo assim a sua permanente atualização e conformidade.

Caso haja necessidade de se realizarem emendas manuscritas, estas devem estar identificadas num documento próprio; quando há necessidade de se emitir um documento novo, as revisões antigas devem constar no mesmo e passar pelo processo de aprovação; no caso do documento ser considerado inválido ou obsoleto, devem ser

assinalados como tal, retirados dos locais de trabalho, no entanto devem ser temporariamente arquivados (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.2.4. ANÁLISE DE CONSULTAS, PROPOSTAS E CONTRATOS

É necessário estabelecer e manter procedimentos que definam as políticas a seguir para que estes pontos se realizem em conformidade.

O laboratório deve cumprir os contratos celebrados, possuindo recursos, como por exemplo, métodos de ensaios apropriados, para satisfazer os requisitos normativos e também dos clientes.

No caso de divergências entre as consultas/propostas e os contratos, estas devem ser claramente registadas, comunicadas e aprovadas pelas partes interessadas.

Nestes casos estão incluídas subcontratações não previstas (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.2.5. SUBCONTRATAÇÃO DE ENSAIOS E CALIBRAÇÕES

Os subcontratos podem surgir por necessidade específica ou sistemática e devem ser atribuídos a subcontratados competentes, que cumpram os requisitos da presente norma, ou seja, devem ser requeridas a entidades acreditadas. Todos os subcontratos devem ser registados, evidenciando também a conformidade com a norma (NP EN ISO/IEC 17025).

O laboratório deve alertar o cliente e obter a sua aprovação para o seguimento das subcontratações e detém a responsável pelos resultados, a menos que tenha sido o cliente a escolher o laboratório subcontratado (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.2.6. AQUISIÇÃO DE PRODUTOS E SERVIÇOS

Este ponto aplica-se a produtos, tais como reagentes, materiais de referência certificados, padrões ou consumíveis com um papel essencial na performance do laboratório, assim como serviços, como calibrações, manutenções e ensaios interlaboratoriais (OGC001). Devem existir políticas e procedimentos para a seleção dos

mesmos, sendo necessário implementar critérios de avaliação em conformidade com os requisitos, e caso isso se verifique, devem ser aprovados e registados.

Sempre que possível, os produtos devem ser previamente inspecionados, salvaguardando a sua conformidade com as especificações normativas, que também deve ser registada (NP EN ISO/IEC 17025).

4.2.7. SERVIÇO AO CLIENTE

Deve haver uma política de cooperação com o cliente, de forma a gerar mais confiança. Deste modo, o laboratório deve estar disponível para atender às solicitações dos clientes ou seus representantes, quer no esclarecimento das suas dúvidas ou na devolução dos itens a ensaiar, quer na permissão do acompanhamento das atividades realizadas, salvaguardando nestes casos, os interesses do laboratório (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

A comunicação deverá ser bilateral, no sentido de obter retorno da informação dos clientes, por exemplo com inquéritos de satisfação (NP EN ISO/IEC 17025).

4.2.8. RECLAMAÇÕES

Todas as reclamações, de todas as formas, são sempre oportunidades de melhoria. Estas devem ser devidamente registadas e as suas causas devem ser investigadas e geridas. As correções e ações corretivas devem ser adequadas e realizadas segundo políticas bem definidas.

Toda a gestão do tratamento das reclamações deve ser reportada ao cliente atempada e adequadamente (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.2.9. CONTROLO DE TRABALHO DE ENSAIO E/OU DE CALIBRAÇÃO NÃO CONFORME

O trabalho não conforme pode surgir de ensaios e/ou calibrações, resultados obtidos ou qualquer anormalidade em relação ao estabelecido pela política e procedimentos definidos no SG ou nas operações técnicas (NP EN ISO/IEC 17025).

As não-conformidades devem ser registadas num documento próprio, que também deve incluir a investigação realizada, ou seja, a análise de causas, imprescindível para a correção, ou seja, eliminação do defeito, e ação corretiva, ou seja, a eliminação da causa, impedindo a sua recorrência (OGC001).

No sentido de harmonizar e agilizar este processo, são definidas responsabilidades do pessoal, que determinam o desencadear destas ações, que podem ser, por exemplo, a interrupção do trabalho, suspensão da emissão de boletins ou reinício do trabalho.

Também é realizada uma avaliação do impacto do trabalho não conforme, e na possibilidade de este afetar a qualidade e validade dos resultados, os clientes devem ser notificados (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.2.10. MELHORIA

O laboratório deve garantir uma melhoria contínua da eficácia do sistema de gestão, através de políticas e objetivos da qualidade, resultados de auditorias, ações corretivas e preventivas ou reclamações (NP EN ISO/IEC 17025).

As ações realizadas com vista à melhoria contínua devem ser monitorizadas, de forma a avaliar a sua eficácia (OGC001).

4.2.11. AÇÕES CORRETIVAS

A implementação de uma dada ação corretiva deve garantir que esta é a mais adequada para resolver o problema em causa. Deve ser realizada de acordo com as responsabilidades atribuídas ao pessoal, precede uma análise de causas e antecede o acompanhamento da mesma, de forma a avaliar a sua eficácia (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

No caso de serem identificadas não-conformidades que levantem dúvidas acerca da conformidade do laboratório, devem ser auditadas as atividades ou departamentos lesados (NP EN ISO/IEC 17025).

4.2.12. AÇÕES PREVENTIVAS

A implementação de ações preventivas tem o mesmo fundamento que as ações corretivas, no entanto, tem um princípio pró-ativo, ou seja, são realizadas no sentido de eliminar potenciais causas de não-conformidades ou promover a melhoria de atividades técnicas e do sistema de gestão (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.2.13. CONTROLO DE REGISTOS

Devem ser estabelecidos procedimentos para a identificação, recolha, indexação, acesso, arquivo, armazenamento, manutenção, conservação, períodos de retenção e eliminação dos registos, cujo prazo depende da natureza dos mesmos (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001). Os registos devem ser realizados de forma permanente e caso haja necessidade de os emendar, estes nunca devem ser omitidos, mas sim traçados, datados e assinados. Devem ainda ser legíveis e claros, passíveis de serem bem interpretados por qualquer pessoa que os venha a ler (OGC001).

Relativamente aos registos técnicos, estes devem ser realizados de forma a estabelecer uma linha de auditoria, ou seja, os registos dos ensaios ou calibrações devem incluir informações suficientes que possibilite a recolha de informação das condições originais das atividades e identificação de eventuais fatores de incerteza (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.2.14. AUDITORIAS INTERNAS

As auditorias internas são uma ferramenta fundamental para a melhoria contínua do SG, pois verificam se as operações continuam a satisfazer os requisitos normativos e do SG, detetando deficiências. Devem abranger todos os elementos do Sistema de Gestão, incluindo as atividades técnicas e ter uma periodicidade anual para os requisitos normativos (NP EN ISO/IEC 17025).

O seu planeamento é da responsabilidade do responsável da qualidade e sempre que os recursos permitam, devem ser realizadas por pessoal devidamente qualificado, treinado e independentes das áreas a auditar (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

Quando são corretamente realizadas e eficazes, não existem grandes discrepâncias entre a natureza das deficiências encontradas nas auditorias internas e nas auditorias externas, realizadas, por exemplo, pelo IPAC (OGC001).

A auditoria é concluída com a realização de um relatório, onde constam as evidências, incluindo as não-conformidades encontradas, que serão registadas, assim como as suas ações corretivas e a sua eficácia (NP EN ISO/IEC 17025).

4.2.15. REVISÕES PELA GESTÃO

A revisão do Sistema de Gestão é da responsabilidade da gestão de topo e idealmente tem periodicidade anual.

A revisão avalia o cumprimento dos requisitos normativos e garante a adequação do sistema de gestão e a sua eficácia, pela introdução de novos objetivos da qualidade, alterações ou melhorias (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

Os pontos a tratar, segundo a norma NP EN ISO/IEC 17025, são os seguintes:

- Adequação das políticas e procedimento;
- Relatórios do pessoal dirigente e supervisor;
- Resultados das auditorias internas;
- Ações corretivas e preventivas;
- Avaliações efetuadas por organismos externos;
- Resultados de comparações interlaboratoriais ou ensaios de aptidão;
- Alterações do volume e tipo de trabalho;
- Retorno da informação dos clientes;
- Reclamações;
- Recomendações de melhoria;
- Outros fatores revelantes, por exemplo:
- Controlo da qualidade;
- Recursos;
- Formação do pessoal.

Devem ser analisados os resultados das revisões pela gestão, formalizadas, por exemplo, através de atas. As ações resultantes desta avaliação são registadas, comunicadas ao pessoal do laboratório e realizadas num prazo adequado (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.3. REQUISITOS TÉCNICOS

4.3.1. GENERALIDADES

Os requisitos técnicos identificam fatores que influenciam a exatidão e fiabilidade dos resultados de ensaios e/ou calibrações, que são os fatores humanos, instalações e condições ambientais, métodos de ensaio e calibração e validação de métodos, o equipamento, a rastreabilidade das medições, a amostragem e o manuseamento de itens a ensaiar ou calibrar (NP EN ISO/IEC 17025). A contribuição destes fatores na incerteza total das medições varia consoante os ensaios e calibração, por isso devem ser tidos em conta nas atividades do laboratório, e serão abordados nos parágrafos seguintes.

4.3.2. PESSOAL

Os colaboradores devem ser competentes e qualificados para as funções que desempenham, sendo que para cada função são definidas as qualificações mínimas necessárias para a desempenhar (OGC001). Para cada colaborador, deve ser realizada a descrição das suas funções, discriminando as suas responsabilidades, especializações, qualificações, autorizações e o programa de formação. É dado a todo o pessoal que integra a equipa, uma formação inicial e supervisão inicial ao trabalho a realizar.

A formação contínua também é um requisito normativo e deve considerar as necessidades do laboratório (NP EN ISO/IEC 17025).

A competência do pessoal deve ser demonstrada continuamente, por exemplo, através de participação em ensaios interlaboratoriais, idealmente, com uma periodicamente anual (OGC001).

4.3.3. INSTALAÇÕES E CONDIÇÕES AMBIENTAIS

As condições ambientais e instalações devem potenciar as atividades do laboratório, não comprometendo a realização de ensaios e/ou calibrações nem a validade e qualidade dos resultados. Por isso, fatores como a iluminação, fontes de

energia, temperatura, desinfeção, humidade, ruído ou espaço devem ser otimizados e adequados. Estas condições devem ser monitorizadas, controladas e registadas de acordo com os procedimentos estabelecidos.

As instalações podem ser permanentes, temporárias ou pontuais, sendo que nestes casos, qualquer fator que possa influenciar negativamente as conformidades normativas deve ser analisado e gerido (NP EN ISO/IEC 17025).

Deve existir uma separação espacial de tarefas incompatíveis, através da implementação por exemplo, do princípio de “marcha em frente” em microbiologia, para prevenir contaminações cruzadas (OGC001).

O acesso às áreas de ensaio deve ser controlado, sendo definida a extensão deste controlo (NP EN ISO/IEC 17025).

4.3.4. MÉTODOS DE ENSAIO E CALIBRAÇÕES E VALIDAÇÃO DOS MÉTODOS

Os métodos de ensaio e calibrações devem ser adequados ao âmbito das atividades do laboratório e abranger atividades como a amostragem, manuseamento, transporte, armazenamento, preparação e análise das amostras, e quando pertinente, as respetivas incertezas associadas (NP EN ISO/IEC 17025). Os desvios à metodologia definida são aceites se estes forem pontuais e não significativos (OGC001).

A seleção dos métodos deve satisfazer as necessidades dos clientes, dando preferência a métodos publicados em normas internacionais, regionais ou nacionais, ou por organismos técnicos de reputação reconhecida, em revistas e textos científicos relevantes ou que sejam especificados pelo fabricante do equipamento (NP EN ISO/IEC 17025). Caso não existam métodos publicados que satisfaçam as exigências dos clientes, podem ser usados métodos desenvolvidos pelo próprio laboratório, desde que estejam validados. Os clientes podem especificar o método pretendido, e em todos os casos, são sempre informados acerca do método escolhido (NP EN ISO/IEC 17025).

É necessário evidenciar que os métodos, normalizados ou não, satisfazem os requisitos específicos relativos ao seu âmbito, ou seja, carecem de validação. Através da validação é possível determinar a gama e exatidão dos resultados que podem ser obtidos, e estes têm que estar de acordo com as necessidades dos clientes. Nesse sentido, a validação pode ser realizada por avaliações indiretas, por exemplo, através do estudo dos parâmetros característicos do método, como o campo de aplicação, exatidão, repetibilidade, precisão intermédia, reprodutibilidade, limites de deteção e

quantificação ou incerteza. Também pode ser realizada por avaliação direta, por exemplo, por comparação com padrões ou materiais de referência certificados, ou comparações interlaboratoriais (OGC001).

Os cálculos e transferências de dados, através de impressos automatizados ou *softwares*, devem ser verificados e validados, ou estabelecidos procedimentos que garantam a integridade e confidencialidade da informação (NP EN ISO/IEC 17025). Como exemplo, a validação pode ser realizada pela descrição das fórmulas e algoritmos usados e uma comparação representativa das respostas dadas pelo computador/sistema automatizado com as expectáveis face à introdução de um conjunto conhecido de dados (OGC001).

4.3.5. EQUIPAMENTOS

O laboratório deve possuir equipamentos adequados e os requisitos normativos devem ser cumpridos, mesmo no caso de ser necessária a utilização de equipamentos fora do controlo do laboratório. Os equipamentos devem atingir a exatidão requerida e satisfazer as especificações revelantes para os ensaios e calibrações.

Todos os equipamentos devem ser manuseados por pessoal qualificado, de acordo com as instruções de utilização, manutenção, calibração e verificação, descritas em documentos próprios. O laboratório deve elaborar um programa de calibrações, verificações e manutenções de acordo com as especificações normativas e dos fornecedores, o tipo de equipamento e seu uso (NP EN ISO/IEC 17025).

A calibração tem como finalidade conhecer a metrologia e funcionamento do equipamento e deve ser realizada de acordo com um programa de calibração, para os valores ou gama de valores usados. Ainda assim, é suscetível de apresentar erros, por isso, antes da sua utilização, devem também ser verificados, garantindo assim a viabilidade do seu uso e a conformidade com os requisitos específicos (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

Após a calibração, deve ser avaliada a aptidão do equipamento segundo critérios de aceitação, através do cálculo do erro máximo admitido (EMA). No caso de ausência de especificações, é recomendável que a soma do módulo do erro com o módulo da incerteza associada seja inferior ao erro máximo aceitável para o equipamento, como demonstrado na seguinte equação:

- $|\text{erro}| + |\text{incerteza}| \leq |\text{EMA}|$ (OGC001)

Na eventualidade do não cumprimento do critério de aceitação, os fatores de correção resultantes devem ser tidos em conta, com vista a normalizar o funcionamento. Estes ajustes também podem ser realizados com o fim de otimizar ou manter o correto funcionamento, salvaguardando não ocorram no sentido de inviabilizar a sua aptidão (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

A manutenção pode ser corretiva ou preventiva e pode ser realizada pelo laboratório ou por entidade externa. A manutenção e a realização de verificações intermédias detetam eventuais avarias e falhas, mantendo assim a confiança no estado de calibração do equipamento (NP EN ISO/IEC 17025).

Os equipamentos devem ser registados num documento próprio, onde devem estar incluídas informações como o número de identificação interna, modelo, o seu fabricante ou localização. Os equipamentos, ou caso se aplique, os itens que o constituem, devem estar identificados com um código interno, assim como devem ser etiquetados com a informação do certificado de calibração, eventuais ajustes, intervalo de valores para os quais está apto ou data prevista da próxima calibração ou verificação.

Os equipamentos que apresentem comportamento errático devem ser avaliados e se necessário, devem ser colocados fora de serviço e identificados como tal (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.3.6. RASTREABILIDADE DAS MEDIÇÕES

A rastreabilidade deve ser assegurada para as calibrações, ensaios e padrões e materiais de referência.

As calibrações, verificações e ensaios efetuados devem ser rastreáveis ao Sistema Internacional de Unidades (SI), assim como os equipamentos e padrões usados, por exemplo, através de comparações a padrões primários. No caso de ser impossível usar unidades SI, o laboratório deve utilizar materiais de referência certificados ou padrões consensuais, acordados pelas partes interessadas (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

Os padrões primários, padrões ou materiais de referência, para além de serem calibrados por organismo que garantem rastreabilidade, devem ser verificados segundo planos estabelecidos, de forma a manter a confiança no estado de calibração.

Devem também existir procedimentos para o seu transporte, armazenamento e manuseamento, de forma a garantir a sua integridade (NP EN ISO/IEC 17025).

4.3.7. AMOSTRAGEM

Para garantir a validade dos resultados dos ensaios ou calibrações, a amostragem deve ser realizada segundo procedimentos disponíveis nos locais da sua realização e considerando, sempre que possível, métodos estatísticos apropriados, especialmente se a representatividade ou homogeneidade do produto não for completamente assegurada (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

Caso sejam solicitados desvios aos procedimentos, estes devem ser registados, assim como todos os dados e operações relevantes, como o procedimento de amostragem selecionado, o responsável pela atividade e quando apropriado, as condições ambientais ou técnicas estatísticas em que se baseiam (NP EN ISO/IEC 17025).

4.3.8. MANUSEAMENTO DOS ITENS A ENSAIAR OU CALIBRAR

O laboratório deve possuir procedimentos para a realização de atividades como o transporte, receção, manuseamento, proteção, armazenamento, conservação ou eliminação de itens a ensaiar, assegurando assim os seus interesses e dos clientes.

Deve também disponibilizar todas as condições necessárias para o cumprimento desses procedimentos e a integridade dos itens (NP EN ISO/IEC 17025).

Os itens devem estar devidamente identificados e deve existir um sistema para o registo da entrada dos mesmos no laboratório, assim como a sua subdivisão no caso da sua utilização para diferentes atividades.

Caso existam desvios às condições normais ou especificadas, o seguimento dos ensaios e calibrações devem ser realizados após esclarecimento dos mesmos com os clientes (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

4.3.9. GARANTIR A QUALIDADE DOS RESULTADOS DE ENSAIO E DE CALIBRAÇÃO

Entende-se por qualidade, o grau de satisfação e aptidão associado a um conjunto de características intrínsecas, relacionado com as expectativas e

necessidades do cliente. A garantia da qualidade monitoriza a validade dos ensaios e calibrações realizadas, através de ações tomadas para a redução de defeitos, gerando confiança quanto à satisfação dos requisitos da qualidade. É conseguida através do controlo da qualidade, que se reflete num conjunto de ações que têm como finalidade mensurar a qualidade, ou seja, averiguar se os requisitos estão a ser respeitados e os objetivos da empresa atingidos. Quando não existe rastreabilidade ao SI, estas ações devem ser mais frequentes e devem ser seguidas metodologias descritas ou referenciadas no MQ.

Através dos dados resultantes, é possível detetarem-se tendências e sempre que possível devem ser aplicadas técnicas estatísticas na análise dos resultados (NP EN ISO/IEC 17025; OGC001).

A monitorização, de acordo com a NP EN ISO/IEC 17025, deve incluir:

- Uso regular de MRC e/ou controlo de qualidade interno com recurso a materiais de referência secundários;
- Participação em programas de comparação interlaboratoriais ou ensaios de aptidão;
- Ensaios e/ou calibrações em replicado, utilizando os mesmos métodos ou métodos diferentes;
- Novo ensaio ou calibração de itens retidos;
- Correlação dos resultados de características diferentes de um mesmo item.

4.3.9.1. CONTROLO DA QUALIDADE EM ANÁLISES QUÍMICAS

Os laboratórios acreditados, que efetuam ensaios químicos, seguem critérios específicos no que diz respeito à garantia da qualidade dos resultados que produz, melhorando deste modo a eficácia dos SG adotados.

A garantia de qualidade minimiza os erros associados às análises e o controlo de qualidade controla a sua ocorrência, através da avaliação da exatidão e precisão dos resultados, recorrendo a um controlo de qualidade externo e interno (OGC002).

O controlo de qualidade externo implica a participação exterior ao laboratório e avalia a exatidão de um ou mais parâmetros, pois permite demonstrar a comparabilidade dos resultados com referências aceites. A sua periodicidade depende engloba o uso de Materiais de Referência Certificados ou padrões equivalentes, bem como a participação em circuitos interlaboratoriais. A frequência do seu uso depende da complexidade,

dificuldade e frequência das análises, da experiência anterior e nível de confiança exigido aos resultados. Os MRC estabelecem a rastreabilidade das medições e assim como os circuitos interlaboratoriais, podem ser usados para a validação de métodos, avaliar a performance do laboratório e a competência de analistas (OGC002).

O controlo de qualidade interno permite avaliar a precisão ou exatidão de um ou mais parâmetros e, por princípio, corresponde a pelo menos 5% do volume de amostras. Engloba o uso de Materiais de Referência Internos, técnicas complementares de controlo de qualidade de resultados e tratamento estatístico de dados. Os MRI caracterizam-se pela sua estabilidade e homogeneidade e o seu valor de referência é atribuído por aferição com um MRC ou outras técnicas que garantam a sua exatidão. Os resultados obtidos são registados e avaliados em cartas de controlo, que permitem diagnosticar eventuais tendências. As técnicas complementares de controlo de qualidade são várias e incluem, por exemplo, a análise de brancos em paralelo com as amostras, a realização de replicados e de amostras cegas ou a adição de padrões internos. A seleção destas técnicas deve considerar a complexidade, dificuldade e as fontes de erro dos métodos ensaios que se pretendem controlar (OGC002).

4.3.10. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

Os resultados dos ensaios ou calibrações devem ser apresentados de acordo com o descrito nos métodos executados, em relatórios de ensaio, boletins analíticos ou certificados de calibração, e de forma exata, clara, inequívoca e objetiva (NP EN ISO/IEC 17025).

O uso do símbolo da acreditação é exclusivo para as atividades acreditadas, ou seja, sempre que nos documentos constem métodos não acreditados, estes devem estar assinalados como tal (OGC001).

Os relatórios, boletins ou certificados devem conter toda a informação solicitada pelo cliente, bem como o título e identificação inequívoca do documento e os dados do responsável que o autorizou, dados do cliente e do laboratório, incluindo localização das análises, os métodos realizados, a amostragem, a descrição do item ensaiado, as datas relevantes ou os resultados e unidades de medição (NP EN ISO/IEC 17025).

O número de algarismos significativos deve considerar as orientações normativas correspondentes e a incerteza estimada para o resultado; os limites de deteção e quantificação, quando aplicável, devem ser também indicados (OGC001). Quando necessário e se aplicável, devem ser incluídos os desvios aos métodos e

condições específicas dos ensaios, uma declaração sobre a incerteza de medição estimada ou a identificação de ensaios subcontratados.

As emendas efetuadas aos documentos obrigam à emissão de um novo (NP EN ISO/IEC 17025).

5. GESTÃO DE EQUIPAMENTOS

A gestão de equipamentos é um dos requisitos técnicos da norma ISO/IEC 17025 e para demonstrar o seu cumprimento, o laboratório define metodologias que garantem que os equipamentos atingem a exatidão requerida, para satisfazer as especificações revelantes dos ensaios realizados (NP EN ISO/IEC 17025).

Como já foi referido, o laboratório possui um inventário com a informação dos equipamentos. Toda a documentação técnica correspondente, como os certificados de calibração, registos das operações realizadas pelos fornecedores ou manuais de instruções, está arquivada e disponível para consulta. Para além disso, a cada equipamento ou conjunto de equipamentos, é atribuído um procedimento PEQ (Procedimento de Utilização de Equipamento), onde estão descritas as instruções de utilização, calibração, verificação e manutenção.

Sempre que um equipamento é sujeito a uma calibração ou verificação externa, antes de entrar ao serviço, é dever do laboratório realizar a aceitação da calibração externa do equipamento para verificar o cumprimento do erro máximo admissível (EMA). Em caso de incumprimento, o equipamento é reparado ou ajustado, e é sujeito a uma nova calibração ou verificação e análise de aptidão. Quando cumpre com os critérios, o equipamento entra ao serviço e é devidamente identificado com uma etiqueta, onde consta a confirmação do EMA (PGQ.16). Entende-se por EMA o valor do erro de medição relativamente a um valor de referência conhecido, admitido por especificações ou regulamentos para uma dada medição, instrumento de medição ou sistema de medição (VIM 2012).

5.1. CALIBRAÇÃO EXTERNA DAS MICROPIPETAS E VERIFICAÇÃO DA APTIDÃO

Ao longo do estágio, foi realizada a gestão da calibração externa das micropipetas dos laboratórios de química clássica, métodos instrumentais de análise e microbiologia, bem como a verificação da sua aptidão, através da análise posterior dos respetivos certificados de calibração.

O planeamento da calibração das micropipetas está definido no impresso de gestão dos equipamentos (IQ.10) e de acordo com esse plano, todos os meses são calibradas, rotativamente, cerca de 13 micropipetas. As micropipetas a calibrar são recolhidas, é verificada a sua limpeza e descontaminação, seguida do preenchimento

de uma declaração de descontaminação. Por fim, são acondicionadas, seladas e enviadas ao laboratório de calibração. O laboratório que realiza a calibração é acreditado e os certificados de calibração que emite estão de acordo com os requisitos normativos, mencionados anteriormente. Nos certificados está descrito o equipamento, que inclui a sua identificação, o número de canais que possui, o intervalo de medição e as unidades. Também estão especificadas as condições ambientais, como a temperatura do ar, pressão ou humidade, bem como a rastreabilidade aos equipamentos utilizados, como a balança, termómetro, higrómetro ou barómetro. Também figura a norma adotada para a realização da calibração e os resultados obtidos, nomeadamente o erro sistemático, erro aleatório e incerteza expandida, que são posteriormente analisados, de forma a verificar a conformidade com os critérios de aceitação definidos. (PGQ.16)

O laboratório estabelece, num procedimento próprio (PCQ.29.5), que, para as micropipetas, o EMA é de 2% do valor nominal (μl) e os critérios de aceitação são os seguintes:

- $|\text{Erro sistemático } (\mu\text{l})| + |\text{Incerteza expandida } (\mu\text{l})| \leq \text{EMA}$
- $|\text{Erro aleatório } (\mu\text{l})| + |\text{Incerteza expandida } (\mu\text{l})| \leq \text{EMA}$

Segue-se o exemplo da análise da aptidão de uma micropipeta de um canal e com intervalo de medição de 100-1000 μl . Os resultados obtidos dizem respeito a ensaios para os volumes de 100 μl , 500 μl e 1000 μl , tal como indicado na tabela:

Tabela 1 - Média dos resultados da calibração de uma micropipeta.

Volume nominal (μl)	Erro sistemático (μl)	Erro aleatório (μl)	Incerteza expandida (μl)
100	0,33	0,24	0,22
500	- 4,23	0,77	0,8
1000	- 5,06	1,47	1,38

Segue-se a avaliação da aptidão da micropipeta, com base nos critérios supracitados:

Tabela 2 - Avaliação da aptidão da micropipeta.

Volume nominal (μl)	EMA (μl)	Erro sistemático (μl) + Incerteza (μl)	Erro aleatório (μl) + Incerteza (μl)	Avaliação
100	2,0	0,55	0,46	Apta
500	10,0	5,03	1,57	Apta
1000	20,0	6,44	2,85	Apta

Esta avaliação é registada no impresso da avaliação da calibração das micropipetas, e uma vez reconhecida a sua aptidão, o equipamento é etiquetado conforme a seguinte figura e é colocado ao serviço.

	
CONFIRMAÇÃO DO EMA	
Equipamento n.º: 82AM	
N.º Certificado de calibração 04086	
Data de emissão e entidade 2017-01-30, FRILABO	
Valor alvo/Gama da calibração 100 μl - 1000 μl	
Ajustes Não aplicável.	
Calibrado em: 2017-01-30	
Apto em: 2017-02-03	
Próxima calibração: 2017-05	
Rúbrica RQ:	
IQ.146.3	

Figura 1 - Representação de uma etiqueta de calibração das micropipetas.

6. AUDITORIAS

6.1. INTRODUÇÃO

A realização de auditorias internas é um dos requisitos de gestão da norma ISO/IEC 17025 e como já foi referido, são uma ferramenta essencial de controlo de qualidade, uma vez que determinam a conformidade dos elementos do sistema de gestão e identificam oportunidade de melhoria ou a necessidade de ações corretivas ou preventivas.

Existem 3 tipos de auditorias: de primeira, segunda e terceira parte. As auditorias de primeira parte, ou internas, são realizadas pela organização aos próprios sistemas, procedimentos e instalações. As auditorias de segunda parte são efetuadas por um cliente ao fornecedor ou subfornecedores e as de terceira parte são realizadas por um organismo externo e independente, com vista à concessão de reconhecimento; ambas são auditorias externas.

6.2. AUDITORIAS TÉCNICAS

As auditorias internas englobam as auditorias realizadas por elementos do Grupo *Silliker* e abrangem também as auditorias técnicas, que são direcionadas para os métodos de ensaio. As auditorias técnicas têm como finalidade garantir que todos os métodos do âmbito da acreditação são auditados em cada ciclo de acreditação, correspondente a 4 anos e que os requisitos dos procedimentos ou normas são cumpridos (MQ *Silliker*, PGQ.13).

A equipa auditora deve ser constituída por colaboradores qualificados, treinados e independentes da atividade a auditar. Deverão evidenciar conhecimentos sobre os requisitos da norma ISO/IEC 17025, metodologias da qualidade e conhecimentos técnicos dos ensaios a auditar, que no caso do laboratório da *Silliker*, podem ser ensaios microbiológicos ou físico-químicos. É essencial que os auditores conheçam o método, os seus pontos críticos e tenham conhecimentos práticos sobre os mesmos. Nesse sentido, foram acompanhados os analistas durante a realização das metodologias, no início do estágio curricular.

Foram realizados dois tipos de auditorias técnicas: auditorias presenciais e verticais. Nas auditorias presenciais é acompanhado o analista durante a realização do

método e verificado se todos os passos são adequados e respeitam as metodologias definidas. Nas auditorias verticais é realizada uma auditoria “teórica”, ou seja, é selecionado um resultado já emitido num boletim analítico e as condições originais do ensaio são reproduzidas, desde a preparação da amostra à emissão do resultado. As auditorias verticais têm como finalidade verificar a rastreabilidade dos resultados. Com um SG bem implementado e políticas de qualidade bem definidas, existe a confiança de que não existem disparidades entre as não-conformidades encontradas nas auditorias presenciais e verticais.

Ao longo do estágio curricular foram auditados 17 métodos de ensaio.

No laboratório de química clássica foram auditados os seguintes métodos:

- NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência;
- NP 475:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda;
- NP 477:1983 Leites. Determinação da cinza total;
- NP 875:1994 *Determinação* do teor de humidade em alimentos para animais;
- NP 1615:2002 Carnes e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência;
- ISO 7238:2004 - IDF 104:2004. Butter - Determination of pH of the serum - Potentiometric method;
- ISO 17189:2003 (IDF 194:2003). Butter, edible oil emulsions and spreadable fats - Determination of fat content (Reference method);
- PAFQ.197.0 Determinação da acidez;
- PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular;
- EN ISO 1736:2008 Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method);
- ISO 3657:2013 Animal and vegetable fats and oils. Determination of saponification value
- PAFQ.372.0 Determinação de cálcio. Método titrimétrico.

No laboratório de métodos instrumentais de análise foram auditados os seguintes métodos:

- Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa;
- PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica;
- PAFQ.008.0 Determinação de cálcio, cobre, ferro, magnésio, manganês, potássio, sódio e zinco. Método por espectrofotometria de absorção atómica com chama;
- PAFQ.037.3 Determinação de vitamina A. Método por cromatografia líquida de alta resolução com deteção de espectrofotometria molecular (UV/Vis) (HPLC);
- PAFQ.150.0 Determinação de mercúrio. Método espectrofotométrico de absorção com geração de vapor frio.

No final das auditorias foi elaborado um relatório, segundo um modelo pré-definido, com os tópicos a considerar durante a auditoria. Estes tópicos incluem a data da realização da auditoria, a equipa auditora, a identificação dos analistas auditados e o registo das constatações da auditoria, que incluem a lista dos documentos auditados e o registo de ensaios e equipamentos usados para a realização do método.

A realização das auditorias e relatórios, a sua correção e o registo das não-conformidades e oportunidades de melhoria foram realizados juntamente com um elemento do Departamento de Qualidade, conferindo validade às auditorias realizadas.

As não-conformidades encontradas, assim como as oportunidades de melhoria são registadas num documento próprio. Nesse documento, são registadas todas as não-conformidades que podem ocorrer na empresa e cada uma está identificada com um número, mês e a origem, ou seja, o departamento onde ocorreu. Neste caso, o departamento onde ocorreram as não-conformidades foi o laboratório de química. Também estão categorizadas segundo tipos e subtipos. Todas as não-conformidades constatadas foram registadas no tipo “Auditorias” e subtipo “Constatações das auditorias técnicas (métodos)”.

As não-conformidades detetadas têm diferentes graus de gravidade, sendo que podem ser de menor gravidade, quando a não-conformidade pode ser imediatamente resolvida, tem pouco ou nenhum impacto nas atividades da empresa e nenhum impacto para o cliente. Considera-se que é de gravidade média quando é necessária a confirmação do ensaio ou colheita de nova amostra, mas sem nenhum impacto para o cliente, que é alertado para a ocorrência da falha. É considerada de maior gravidade

quando é detetado um valor errado enviado para o cliente e nesses casos, é igualmente notificado.

Os relatórios das auditorias, onde constam todas as evidências, encontram-se nos Anexos.

6.3. TRATAMENTO DE NÃO-CONFORMIDADES

O registo do trabalho não conforme deve incluir a investigação realizada, ou seja, a análise de causas, a correção imediata, a ação corretiva e a avaliação da eficácia da sua implementação.

Segue-se um exemplo do tratamento de uma não-conformidade, com os tópicos mencionados.

- Não-conformidade n.º 1243, detetada no laboratório de química em março de 2017:

Assunto:

Constatação de auditoria técnica ao método Regulamento (CEE) n.º2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa, detetada no tópico "Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?"

Não-conformidade:

Os resultados são apresentados em percentagem mássica de ésteres metílicos, com arredondamento às centésimas. Detetou-se que o analista transcreveu os resultados da coluna errada do impresso IQ.87.3 para o sistema informático, ou seja, o analista, transcreveu os resultados da coluna "Área corrigida (%; décimas)" quando deveria ter transcrito os resultados da coluna "Área corrigida (%; centésimas)".

Análise de causas:

O analista utilizava o impresso IQ.87.3 para registo dos resultados do método auditado, mas também do método PAFQ.064 Determinação da matéria gorda total e dos ácidos gordos por cromatografia gasosa com detetor FID, cujos resultados são apresentados com arredondamento às décimas. O impresso tem, portanto, duas

colunas para a apresentação adequada da percentagem de ácidos gordos. Por lapso, aquando da transcrição dos resultados para o sistema informático, o analista transcreveu os resultados da coluna errada, ou seja, transcreveu da coluna que apresenta os resultados com arredondamento às décimas. Na figura seguinte está representado um excerto do referido impresso.

Ác. Gordos	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)	Área corrigida (%; décimas)	(mg/ 100 g)	Ác. Gordos	Área corrigida (%; centésimas)	Área corrigida (%; décimas)	(g/ 100g)
C04:0	0,00	0,00	0,0	0	Ác. Saturados	14,38	14,4	0,00
C06:0	0,00	0,00	0,0	0	Ác. Monoinsaturados	76,41	76,5	0,00
C08:0	0,00	0,00	0,0	0	Ác. Polinsaturados	9,19	9,2	0,00
C10:0	0,00	0,00	0,0	0	Ác. Gordos:	99,98	100,1	0,00
C11:0	0,00	0,00	0,0	0	C18:1t	0,00	0,0	0,00
C12:0	0,00	0,00	0,0	0	C18:2t	0,00	0,0	0,00
C13:0	0,00	0,00	0,0	0	C18:3t	0,00	0,0	0,00
C14:0	0,00	0,00	0,0	0	Ác. Gordos trans:	0,00	0,00	0,00
C15:0 iso	0,00	0,00	0,0	0	TOTAL:	99,98	100,10	0,00
C15:0 aiso	0,00	0,00	0,0	0	Matéria Gorda (g/ 100 g)			
C14:1n9c	0,00	0,00	0,0	0				
C15:0	0,00	0,00	0,0	0				
C15:1n5c	0,00	0,00	0,0	0				
C16:0	10,65	10,73	10,7	0				
C17:0 iso	0,00	0,00	0,0	0				
C17:0 aiso	0,00	0,00	0,0	0				
C16:1n7c	0,61	0,61	0,6	0				
C17:0	0,09	0,09	0,1	0				

Figura 2 – Representação do impresso IQ.87.3 Cálculo da composição em ácidos gordos na amostra, com duas colunas de apresentação dos resultados, com arredondamento às décimas e centésimas.

Correção:

O impresso IQ.87 usado para o cálculo da composição em ácidos gordos na amostra deixou de ser utilizado para o método Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X.

Foi criado um novo impresso, em uso desde 2017-04-17 para o cálculo da composição em ácidos gordos nos azeites. Neste impresso, as células estão todas formatadas para apresentarem os resultados às centésimas. A implementação desta correção foi imediata.

Na figura seguinte pode ver-se uma representação do referido método, não se tratando do impresso real.

Ác. Gordos	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)
C04:0	0,00	0,00
C06:0	0,00	0,00
C08:0	0,00	0,00
C10:0	0,00	0,00
C11:0	0,00	0,00
C12:0	0,00	0,00
C13:0	0,00	0,00
C14:0	0,00	0,00
C15:0 iso	0,00	0,00
C15:0 aiso	0,00	0,00
C14:1n9c	0,00	0,00
C15:0	0,00	0,00
C15:1n5c	0,00	0,00
C16:0	10,65	10,73
C17:0 iso	0,00	0,00
C17:0 aiso	0,00	0,00
C16:1n7c	0,61	0,61
C17:0	0,09	0,09

Ác. Gordos	Área corrigida (%; centésimas)
Ác. Saturados	14,38
Ác. Monoinsaturados	76,41
Ác. Polinsaturados	9,19
Ác. Gordos:	99,98
C18:1t	0,00
C18:2t	0,00
C18:3t	0,00
Ác. Gordos trans:	0,00
TOTAL:	99,98
Matéria Gorda (g/ 100 g)	

Ação corretiva:

Utilizar doravante o novo impresso para o cálculo da composição em ácidos gordos em azeites.

Verificação da eficácia:

Verificar 5 transcrições de resultados do novo impresso para o sistema informático, num prazo de 2 meses.

Eficácia:

A implementação da correção e ação corretiva figurou-se eficaz.

A causa da não-conformidade, para o método auditado, foi eliminada.

6.4. NÃO-CONFORMIDADES E OPORTUNIDADES DE MELHORIA CONSTATADAS

Seguem-se as não-conformidades e oportunidades de melhoria constatadas e registadas, no seguimento da correção dos relatórios.

6.4.1 NP 1987:2002 – NORMA PORTUGUESA – CARNE E PRODUTOS CÁRNEOS. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDROXIPROLINA. MÉTODO DE REFERÊNCIA.

- Não foi evidenciado o registo da cópia controlada da analista, no impresso das fotocópias de documentos e/ou registos originais. A documentação original relativa aos métodos realizados no laboratório, como normas e procedimentos, está presente em pastas próprias e cada uma continha o impresso referido, onde estavam registadas todas as cópias efetuadas e a sua localização. Esta não-conformidade contestou a eficácia deste procedimento. Desta forma, estes impressos foram eliminados e, em substituição, foi realizado um levantamento de toda a documentação existente nos laboratórios de química e microbiologia e o seu controlo num impresso eletrónico, acessível apenas pelo Departamento de Qualidade. A implementação desta ação corretiva figurou-se eficaz, pois o registo das cópias futuras será realizado no novo impresso e apenas por pessoal autorizado, o que confere impenetrabilidade ao novo sistema adotado.

- Não foi possível rastrear o código do impresso da carta de controlo da verificação da temperatura da estufa e do banho usados, nem do impresso do controlo da preparação da solução de ácido sulfúrico. Concluiu-se que o código do impresso estava ilegível, devido a lapso a fotocopiar o mesmo. A correção consistiu em verificar os impressos "Preparação das soluções", "Carta de controlo" e "Manutenção dos equipamentos" do laboratório de Química Clássica. Os impressos cujo código estava ilegível, foram corrigidos manualmente, os que não estavam preenchidos foram eliminados.

- Verificou-se ainda que no impresso da manutenção do banho, a analista escreve que esta é realizada segundo um procedimento obsoleto, em vez do atual. Estes impressos foram igualmente corrigidos, assim como todos os impressos relativos à manutenção dos equipamentos da responsabilidade da mesma analista.

- Constatou-se que o frigorífico usado para o armazenamento da amostra não foi verificado num dia da auditoria, pois a analista responsável pela verificação não trabalhou no referido dia, e por se tratar do momento de mudança de rotatividade, não notificou outra analista para a substituir. Constatou-se, nas cartas de controlo, que a verificação foi efetuada nos dias anteriores e subsequentes, ou seja, a falha foi pontual.
- Constatou-se, no impresso da verificação interna diária de balanças, que o equipamento utilizado não foi verificado no dia de auditoria. As balanças são verificadas diariamente por uma das analistas e a rotatividade dessa verificação está descrita no impresso do plano das várias tarefas das analistas. Na altura de mudança de responsabilidades, a analista responsável não trabalhou no primeiro dia de trabalho de novembro. É hábito a substituição em caso de ausência, no entanto, por ter sido em mudança de responsabilidades, tal não aconteceu e as balanças, do laboratório de química clássica, não foram verificadas nesse dia. Contudo, constatou-se que os resultados das verificações realizadas em dias próximos ao referido, foram aceitáveis.
- Não foram evidenciados os registos atualizados das verificações semanais do espectrofotómetro. A analista afirmou que não realizou a verificação devido a falta de disponibilidade do equipamento ou da própria. A correção foi imediata, ou seja, a analista realizou a verificação a seguir ao levantamento da não-conformidade.
- A ação corretiva destas não-conformidades foi sensibilizar as analistas para a importância da rastreabilidade dos impressos e sugerir que não tirem fotocópias sucessivas de outras cópias, pois estão mais suscetíveis de ficarem com o código ilegível. Quanto à troca de nomes dos procedimentos, a analista foi alertada para a transição da denominação dos mesmos. As analistas foram também sensibilizadas para a importância da verificação dos equipamentos e foram sobreavisadas para que em caso de ausência comuniquem ao laboratório para serem substituídas e dar continuidade às tarefas que são da sua responsabilidade. Este comunicado foi transmitido oralmente no laboratório e num impresso próprio de tratamento de informação, devidamente identificado, datado e com a rubrica de todas as analistas do laboratório de química clássica.
- Durante a auditoria constatou-se que algum material volumétrico, como balões e pipetas volumétricas, não cumpre com a data de validade de 5 anos, definida no procedimento do material de vidro volumétrico. Todo o material volumétrico, dos laboratórios de química clássica e métodos instrumentais de análise, foi verificado e foi realizado um levantamento do material que não cumpria com o prazo de validade estipulado.

- Não foram evidenciados os certificados dos lotes de algum material de vidro usado. Os certificados foram solicitados ao responsável e até à data foram rececionados todos os certificados de lote em falta.
- Não foi evidenciado o certificado de lote do reagente 1-propanol em uso, nem o seu pedido no impresso dos pedidos de certificados de lotes em falta.
- É realizada a rastreabilidade das balanças usadas no impresso usado para a reta de calibração, no entanto, a analista rastreou, também, os equipamentos na lista de trabalho. Constatou-se, contudo, que na lista de trabalho é rastreada a balança 2A, enquanto que no impresso IQ.76.1C é rastreada a 2F. Uma vez que o equipamento já é rastreado no impresso, a analista foi sensibilizada para impropriedade desta ação.
- Na auditoria vertical, ao verificar o teste de fórmulas no LIMS, verificou-se que na transcrição da lista de trabalho de um replicado, a analista transcreveu da lista de trabalho para o LIMS, que a concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado foi de 1,002060µg/ml em vez de 1,00260 µg/ml.

6.4.2 NP 475:1983 LEITES. DETERMINAÇÃO DO RESÍDUO SECO E RESÍDUO SECO ISENTO DE MATÉRIA GORDA.

- Os registos da manutenção relativa ao mês de outubro da estufa e da verificação do banho não estavam atualizados. O tratamento desta não-conformidade já foi mencionado anteriormente.
- Quanto à validação do método, constatou-se que este não cumpre os 5 anos estipulados para a sua atualização, sendo que a precisão intermédia foi atualizada em 2008 e a incerteza em 2007.

6.4.3 NP 477:1983 LEITES. DETERMINAÇÃO DA CINZA TOTAL.

- Em vez de secar a amostra no banho, a analista usou uma estufa. O objetivo é retirar a humidade da amostra, por isso, considerou-se que este passo não influencia o resultado final.
- Não foi adicionado ácido acético, que impediria a formação de película na amostra, no entanto, como esta foi completamente seca em estufa, a incineração posterior ocorreu normalmente.

- Os duplicados não cumpriram o critério de repetibilidade (0,01). A diferença entre eles é 0,0119, no entanto, o sistema informático LIMS não arredonda os resultados e considerou que não cumpria o critério definido. A analista abriu uma não-conformidade.
- Na repetição do ensaio, para validar o resultado do duplicado, foi usado o impresso “Avaliação da confirmação de ensaios - Duplicados - r em valor absoluto”, constatando-se que o mesmo não estava validado. Este impresso foi colocado ao serviço a 09-08-2016 e até à data ainda não tinha sido possível iniciar a sua validação. A implementação da correção foi imediata, ou seja, o impresso foi validado. A ação corretiva implementada foi dar continuidade à validação dos impressos em falta.
- A validação do método num período de 5 anos não se verificou. A precisão intermédia foi atualizada em 2008 e a incerteza em 2007.

6.4.4 NP-875:1994 ALIMENTOS PARA ANIMAIS. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HUMIDADE.

- Constatou-se que o impresso onde foram registados os resultados é usado para o método auditado e para o PAFQ.019.1 Determinação da humidade. No impresso estão registadas duas estufas (14H e 14D), no entanto, é impossível rastrear em qual das estufas a analista realizou cada um dos ensaios. O laboratório ainda não tinha detetado que no caso de impressos que contemplam mais do que um ensaio, e sejam utilizados equipamentos diferentes, a rastreabilidade possa não estar a ser corretamente efetuada. O impresso foi posteriormente atualizado de modo a ser claro qual equipamento usado em cada método e já se encontra em uso.

6.4.5 NP 1615:2002 CARNES E PRODUTOS CÁRNEOS. DETERMINAÇÃO DA CINZA TOTAL. MÉTODO DE REFERÊNCIA.

- Não foi evidenciada a verificação anual atualizada da hotte 44C no impresso da verificação da velocidade do ar. Até à data a analista responsável por esta tarefa ainda não tinha tido a oportunidade de a realizar, contudo, durante a auditoria foi evidenciada a verificação das hottes 44A, 44B, 44D, 44E, 44F. A correção foi imediata e consistiu na verificação da hotte 44C. Também não foram evidenciados os registos da verificação do anemómetro usado para a verificação das hottes, efetuada aquando da calibração

externa da câmara de fluxo laminar. Até à data, não se verificou a calibração externa da câmara de fluxo laminar. Deste modo, ainda não foi possível proceder à verificação do anemómetro.

- Não foi evidenciada a validação do método num período de 5 anos. A precisão intermédia e incerteza foram atualizadas em 2004.

6.4.6 ISO 7238:2004 - IDF 104:2004. BUTTER - DETERMINATION OF PH OF THE SERUM - POTENTIOMETRIC METHOD.

- A norma refere, a título opcional, a utilização da centrífuga a aproximadamente 1500 rpm. Não foi evidenciada a calibração externa para esta rotação, na centrífuga utilizada. Ainda não tinha sido detetada a necessidade de calibrar a centrífuga na rotação referida. A correção consistiu em solicitar ao fornecedor a calibração da mesma.

- Não foi evidenciado o registo da verificação do banho 16J no impresso da carta de controlo da temperatura. O método encontrava-se em fase de validação e os resultados não estavam a ser emitidos para clientes. Por lapso, a analista ainda não criou uma carta de controlo para efetuar o registo da verificação da temperatura. A correção foi imediata e passou pela criação de uma carta de controlo para o banho 16J, para a temperatura usada. A ação corretiva foi sensibilizar a analista para a obrigatoriedade do registo das verificações dos equipamentos usados. A verificação da eficácia desta não-conformidade foi evidenciada através do registo da sensibilização da analista, realizado em impresso próprio, datado e assinado, assim como os registos da criação e utilização da carta de controlo durante 3 meses.

- Não foi evidenciado o estudo da precisão intermédia e incerteza num prazo de 5 anos. À data da auditoria constatou-se que estava a decorrer a validação do método. Esta não-conformidade é recorrente, sendo assim, a ação corretiva é cumprir com o definido no plano de atualização da validação dos métodos. A eficácia da correção desta não-conformidade verificou-se na apresentação do procedimento da validação do método.

- Na auditoria vertical não foi evidenciada a rastreabilidade aos equipamentos utilizados na lista de trabalho. A analista realiza a determinação do pH por vários métodos e regista os resultados e a rastreabilidade dos equipamentos usados no impresso próprio. Este método, por se encontrar em fase de implementação/validação e não ser realizado para clientes, ainda não é contemplado nesse impresso. Por lapso a analista não rastreou os equipamentos utilizados na lista de trabalho, no entanto, é

possível rastrear o potenciómetro utilizado nos impressos da calibração e verificação do potenciómetro. A correção foi a atualização do impresso, de modo a ser contemplado este método.

6.4.7 ISO 17189:2003 (IDF 194:2003). BUTTER, EDIBLE OIL EMULSIONS AND SPREADABLE FATS - DETERMINATION OF FAT CONTENT (REFERENCE METHOD).

- Relativamente à preparação da amostra, a norma refere que esta deve ser aquecida na própria embalagem, a uma temperatura que não exceda os 30°C, para facilitar a homogeneização. Foi constatada a sua preparação, segundo a metodologia definida no PAFQ.044 (como a amostra se encontrava em papel, esta foi integralmente transferida para o gobelé e homogeneizada à temperatura ambiente).

- Foram usados balões de fundo plano de 100 ml, em vez de 125 ml, como é referido na norma. Não existem balões de 125 ml no laboratório e uma vez que o total de volume das extrações é de 60 ml, e que, nos balões de 100 ml, a destilação é levada a cabo corretamente, por motivos de logística optou-se por realizar o ensaio em balões de fundo plano de 100 ml.

- Foi evidenciada a utilização de provetas de 25 ml, no entanto a norma refere a utilização de provetas de 10 ml e 20 ml.

- Constatou-se que o procedimento não foi exatamente seguido pela analista, tendo em conta que não foi evidenciado o ensaio em branco efetuado ao lote do reagente éter de petróleo em uso. Constatou-se, contudo, que a analista registou o resultado em falta no impresso da determinação de matéria gorda, no entanto não transcreveu o resultado para o impresso do registo de ensaios em branco. A correção foi transcrever os resultados dos ensaios em branco do impresso de trabalho para o impresso do registo de ensaios em branco. Como oportunidade de melhoria, foram colocadas, no impresso de trabalho da analista, hiperligações nas células ao lado dos resultados dos ensaios em branco, para o impresso do registo dos brancos, de modo a relembrar a analista da necessidade do registo. Esta ação corretiva foi eficaz, pois foram evidenciadas as hiperligações colocadas no impresso e os registos dos brancos no impresso realizados no mês subsequente.

- Não foi evidenciada a validação do impresso “Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos”, associado ao método. Até à data da auditoria ainda não tinha sido possível proceder à validação do impresso. A correção consistiu na validação do impresso, comprovada pelo registo da sua validação e a ação corretiva foi cumprir com

o definido no procedimento PGQ.03 Gestão da documentação: "Os impressos em suporte informático (folha de Excel com fórmulas) existentes nos laboratórios são validados e protegidos pelo DQ antes da sua primeira utilização. Permite-se, no entanto, que a validação seja efetuada nos 30 dias seguintes à sua aprovação".

- Não foi evidenciada, no impresso de manutenção de equipamentos, o registo da manutenção mensal do evaporador rotativo, descrita no procedimento PEQ.40.0 Evaporador rotativo. A analista justificou que realizava a manutenção ao equipamento, mas que por lapso, não a registava no impresso. A correção constou no registo da manutenção seguinte, no impresso próprio. Foi possível verificar a eficácia através da evidência da manutenção relativa ao mês de fevereiro e da evidência da manutenção relativa aos meses de março e abril.

- Não foi evidenciada a calibração externa da centrífuga 31B para as rotações definidas na Norma (505 rpm a 714 rpm). O tratamento desta não-conformidade já foi mencionado anteriormente.

- Não foi evidenciado o estudo atualizado da precisão intermédia e incerteza. Constatou-se que estava a decorrer a validação do método.

- Não foi evidenciado o cumprimento do requisito definido no AS-SOP-008: Statistical Process Control Charting Chemistry: "If a lab performs less than one hundred samples per year, then a control chart is not required. However, the test must include a reference sample that has a known amount of the analyte", ou seja, não existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS). Ainda não tinha sido detetada pelo laboratório a necessidade da existência de um DPCS para este método. Esta falha foi imediatamente corrigida, tendo sido atribuído um DPCS a este método, PR1251-NOV16 - Creme Vegetal e os primeiros pontos foram efetuados no início de fevereiro. A ação corretiva foi verificar o cumprimento do definido no AS-SOP-008 para todos os métodos do pedido de extensão.

6.4.8 REGULAMENTO (CEE) N.º 2568/91 - ANEXO X - DETERMINAÇÃO DOS ÉSTERES METÍLICOS DE ÁCIDOS GORDOS POR CROMATOGRAFIA EM FASE GASOSA.

- Aquando da auditoria, constatou-se que o regulamento não está devidamente controlado, ou seja, encontra-se em formato digital, na pasta eletrónica de documentação, mas até à data não havia uma gestão correta ou um responsável pelo controlo das cópias referentes a legislação. A informação definida no PGQ.03.4 Gestão

da documentação: "No segundo dia útil de cada mês o PTRL reúne com o DG, o RO, o RSC e o PTSC para procederem à atualização das pastas de legislação utilizadas na validação dos boletins analíticos" não se encontra atualizada, pois nesta reunião também se procede à atualização da pasta eletrónica da legislação existente em MIA. Para corrigir esta situação, foi partilhado um ficheiro Excel (Legislação Laboratório), no drive com os links diretos para o site da EUR-Lex, e sempre que alguma alteração seja efetuada, o laboratório de MIA, os responsáveis por essa tarefa serão notificados.

- No regulamento, estão descritas, a título de exemplo, as condições operatórias do cromatógrafo iónico para a realização da determinação. Foi constatado que as condições operatórias utilizadas não correspondem às sugeridas no regulamento. Não foi evidenciado nenhum registo que defina as condições utilizadas, pois até à data, o laboratório não tinha detetado essa necessidade. No entanto, foi considerado que esse registo poderá ser útil para consulta sem ter de recorrer ao equipamento. Deste modo, foram registadas as condições de utilização num impresso próprio. O impresso foi colocado numa pasta eletrónica do laboratório de MIA e deverá ser revisto, trimestralmente, por um analista responsável, de forma a assegurar que as condições definidas estão atualizadas.

- Não foi evidenciada a verificação do dispensador 49U, segundo a metodologia definida no PEQ.27 Dispensadores, para o volume medido de 2 ml de heptano. O analista não alertou o DQ de que o impresso utilizado para registar e avaliar a verificação do dispensador não estava atualizado o volume referido.

- Não foi evidenciado o certificado de lote da pipeta graduada de 1 ml. Como ação corretiva e oportunidade de melhoria, todo o material de vidro volumétrico só será rececionado se estiver acompanhado do respetivo certificado do lote ou se, alternativamente, o fornecedor informar que esses certificados serão enviados por correio eletrónico, cumprindo deste modo com o definido no procedimento PGQ.02.

- Não foi evidenciado o procedimento PEQ relativo à utilização, verificação e manutenção dos equipamentos: cromatógrafo gasoso 153 e injetor automático 160-1. O laboratório ainda não tinha detetado que o procedimento relativo a este equipamento não se encontrava atualizado para este modelo. No procedimento existente PEQ.64 Cromatógrafo gasoso, apenas é contemplado o equipamento n.º 101B Cromatógrafo 6890.

- Não foi evidenciado o registo de controlo de reagentes, ou seja, abertura de novo lote do metanol, hidróxido de potássio, do padrão *Supelco 37 Component FAME Mix* e da coluna cromatográfica. Procedeu-se ao registo da coluna cromatográfica em uso e como ação corretiva, foram verificadas todas as colunas cromatográficas utilizadas no GC e todas foram devidamente registadas. O analista foi sensibilizado para a

obrigatoriedade do cumprimento do procedimento PGL.06 Gestão de soluções. Ao longo de 2 meses foram acompanhados os registos de reagentes e consumíveis do analista e comprovada assim a eficácia desta ação corretiva.

- Não foi evidenciada a validação atualizada do método, pois apesar do regulamento definir a repetibilidade, o registo da mesma não foi evidenciado no sistema informático. Também não foi evidenciado o estudo da precisão intermédia e incerteza. O método se encontrava-se em fase de validação e a correção foi emitir o relatório de validação, VM.069.0.

- Não foi evidenciado o cumprimento do requisito definido no AS-SOP-008: Statistical Process Control Charting Chemistry: "If a lab performs less than one hundred samples per year, then a control chart is not required. However, the test must include a reference sample that has a known amount of the analyte". Concluiu-se que, apesar de o ensaio ser realizado menos de cem vezes por ano, o analista não incluía na série de trabalho nenhuma amostra de referência.

- Na auditoria vertical, detetou-se que o analista transcreveu os resultados da coluna errada do IQ.87.3 para o sistema informático. Esta não-conformidade foi mencionada anteriormente.

6.4.9 PAFQ.197.0 DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ.

- Não foi evidenciado o certificado de lote HL-0523 da pipeta volumétrica de 25 ml.

- Na auditoria vertical, constatou-se que a apresentação dos resultados está a ser realizada com arredondamento às décimas, no entanto o procedimento define que deveriam apresentar-se às centésimas. Da análise de causas concluiu-se que por lapso, o laboratório ainda não tinha atualizado o sistema informático após a emissão do procedimento, sendo assim a correção foi a atualização do sistema informático com base no procedimento.

- Foi constatado que no momento da auditoria, o rsd era superior ao definido no SOP.08 ($RSD > 2\%$ - 4,628%) e não foi evidenciado o registo dessa não-conformidade. Tal não foi realizado pois a responsável pelo registo deste tipo de não-conformidades ainda não tinha tido disponibilidade para a registar. Assim, a correção foi o registo da não-conformidade em falta.

6.4.10 PAFQ.206.0 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FÓSFORO TOTAL. ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO MOLECULAR.

- Foram detetados alguns erros no procedimento, que apesar de ter sido emitido recentemente, não haviam sido detetados.. Deste modo, foram realizadas emendas manuscritas com as alterações, que foram devidamente registadas no impresso da lista de emendas manuscritas aos procedimentos. Estas alterações foram igualmente efetuadas na cópia controlada existente no laboratório de química com a analista que realiza o método. A ação corretiva consistiu na revisão de todos os procedimentos PAFQ de química propostos para acreditação 2017 aquando da correção das auditorias realizadas, que terminou em abril de 2017.

- Não foi evidenciada a utilização dos impressos da reta de calibração do fósforo e controlo dos parâmetros da reta de calibração, referidos no procedimento. Estes impressos entraram ao serviço recentemente e não foram usados pois até à data não tinha sido possível proceder à sua validação. Assim, a correção foi validar os novos impressos.

- Não foi evidenciada a calibração da mufla usada para a temperatura alvo, referida no procedimento. Concluiu-se que o laboratório ainda não tinha indicado, ao DQ, a necessidade de calibrar a mufla referida para a temperatura desejada. A correção foi solicitar ao fornecedor, a calibração da mufla para uma gama de temperatura (550 ± 20 °C).

- A carta de controlo utilizada para registar a temperatura da mufla não corresponde à temperatura definida no procedimento (a analista registou a temperatura na carta de controlo no qual a temperatura definida é $(525 \pm 25$ °C), quando a temperatura definida no procedimento é $(550 \pm 20$ °C). Como a temperatura de início e fim de utilização era sempre muito próxima dos 550 °C, a analista registava-as na carta de controlo de $(525 \pm 25$ °C). Foi então criada uma carta de controlo com a temperatura de $(550 \pm 20$ °C) para a mufla referida.

6.4.11 PAFQ.215. 0 DETERMINAÇÃO DE NITRITOS E NITRATOS. MÉTODO POR CROMATOGRAFIA IÓNICA.

- Associado ao método, existem impressos da reta de calibração dos nitritos e nitratos, com cálculos automáticos e durante a auditoria não foi evidenciada a sua validação. A correção foi a validação do mesmo.

- Não foi evidenciado o procedimento relativo à utilização, verificação e manutenção dos equipamentos cromatógrafo iónico 100-2 e injetor automático 100-1.

Como o equipamento entrou ao serviço em 2017-01 o laboratório ainda não tinha tido possibilidade de fazer o procedimento.

- Relativamente aos consumíveis, não foi evidenciado certificado de lote da pré-coluna *Dionex IonPac* 50x4 mm usada. Ainda não tinha sido detetada a inexistência deste certificado de lote. Foi enviando um email para o fornecedor, de forma a pedir o envio do certificado de lote em falta. A ação corretiva foi verificar a existência de todos os certificados de lotes dos métodos do pedido de extensão.
- Durante a auditoria vertical verificou-se que os cálculos não consideravam a conversão em nitrito de sódio e em nitrato de sódio. O resultado obtido está apresentado em mg de nitrito por kg de amostra e em mg de nitrato por kg de amostra.

6.4.12 ISO 1736:2007 (IDF 9:2008). DRIED MILK AND DRIED MILK PRODUCTS - DETERMINATION OF FAT CONTENT - GRAVIMETRIC METHOD (REFERENCE METHOD).

- Não foi evidenciado o cumprimento da massa da toma definida na norma, que depende da matriz. Para preparados de leite em pó magro, a massa da toma deve ser de 1,500 g, no entanto a analista pesou 1,124 g. De forma a avaliar o impacto desta falha, a analista realizou outro ensaio, com as massas da toma de 1 g e 1,5 g.
- Não foi evidenciada a validação atualizada do método. A precisão intermédia e a incerteza foram atualizadas em 2009.

7. CONCLUSÃO

A acreditação segundo o referencial normativo ISO/IEC 17025 é uma mais valia, pois demonstra a competência das entidades e que estas funcionam em conformidade com a legislação ou regulamentos em vigor. Assegura também uma qualidade controlada, sistematizada, verificada e validada dos serviços e produtos. Um requisito normativo essencial para o bom funcionamento das empresas é a adoção de um Sistema de Gestão da Qualidade robusto. Em laboratórios de análise, a sua implementação garante que os resultados produzidos são rigorosos e fiáveis e é um fator de diferenciação em relação às entidades reguladoras e clientes.

A adoção de uma gestão de equipamentos segundo a ISO/IEC 17025, garante a sua adequabilidade e o cumprimento do rigor exigido. Por outro lado, a realização de auditorias internas, garante a eficácia e conformidade do trabalho realizado e deteta erros ou desvios que possam comprometer o sistema. Todas as não-conformidades evidenciadas foram de gravidade menor e tiveram origem, quer na execução laboratorial, quer no controlo de qualidade. Não se verificaram discrepâncias relativamente às não-conformidades encontradas nas auditorias presenciais e verticais, demonstrando a validade do sistema. As não-conformidades e oportunidades de melhoria constatadas foram registadas, e as medidas de correção adotadas tiveram como objetivo uma resolução eficaz e, sempre que possível, a eliminação da causa, evitando recorrências futuras.

O controlo de qualidade, que passou pela gestão de equipamentos e realização de auditorias técnicas, é uma necessidade permanente e contínua, e tem como objetivo, a melhoria contínua do SGQ implementado.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- DRC005 – *Procedimento para acreditação de laboratórios*, DRC005, 2012, Instituto Português de Acreditação (IPAC);
- EN ISO 1736 – Norma Europeia 1736, *Dried milk and dried milk products. Determination of fat content. Gravimetric method (Reference method)*, 2008;
- IPAC – Acreditação – <http://www.ipac.pt/ipac/funcao.asp>, consultado a 16 de junho de 2017;
- IPAC – Diretório de unidades acreditadas – <http://www.ipac.pt/pesquisa/acredita.asp>, consultado a 16 de junho de 2017;
- IPAC – Perguntas frequentes – <http://www.ipac.pt/faqs/faqs.asp>, consultado a 16 de junho de 2017;
- ISO 17189 (IDF 194) – Norma ISO 17189, *Butter, edible oil emulsions and spreadable fats. Determination of fat content (Reference method)*, 2003;
- ISO 3657 – Norma ISO 3657, *Animal and vegetable fats and oils. Determination of saponification value*, 2013;
- ISO 7238 (IDF 104) – Norma ISO 7238 *Butter. Determination of pH of the serum – Potentiometric method*, 2004;
- Mérieux NutriSciences - <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/historia>, consultado a 15 de junho de 2017);
- Mérieux NutriSciences - <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/institut-merieux>, consultado a 15 de junho de 2017);
- Mérieux NutriSciences - <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/grupo/visao-missao-valores>, consultado a 15 de junho de 2017);
- Mérieux NutriSciences - <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/silliker/sobre-a-silliker/sobre-a-silliker/garantia-da-qualidade-dos-servicos-analiticos>, consultado a 15 de junho de 2017);
- Mérieux NutriSciences - <http://www.merieuxnutrisciences.pt/pt/por/silliker/sobre-a-silliker/silliker-Portugal>, consultado a 15 de junho de 2017);
- MQ Silliker – *Silliker Portugal S.A., Manual da Qualidade*, 2014;
- NP 1615 – Norma Portuguesa 1615 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência, 2002;
- NP 1982 – Norma Portuguesa 1982 – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência, 2002;

- NP 475 – Norma Portuguesa 475 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda, 1983;
- NP 477 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total, 1983;
- NP 875 – Norma Portuguesa – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade, 1994;
- NP EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração, IPAC, 2005;
- OGC001 – Guia *Aplicação da NP EN ISO/IEC 17025.*, OGC001, 2010, Instituto Português de Acreditação (IPAC);
- OGC002 – Guia *Acreditação de Laboratórios Químicos*, OGC002, 2011, Instituto Português de Acreditação (IPAC);
- PAFQ.008.0 – *Silliker*, Procedimento de Análise Físico-Química. Determinação de cálcio, cobre, ferro, magnésio, manganês, potássio, sódio e zinco. Método por espectrofotometria de absorção atómica com chama, 2013;
- PAFQ.037.3 – *Silliker*, Procedimento de Análise Físico-Química. Determinação de vitamina A. Método por cromatografia líquida de alta resolução com deteção de espectrofotometria molecular (UV/Vis) (HPLC), 2009;
- PAFQ.044 – *Silliker*, Procedimento de Análise Físico-Química. Métodos de preparação das amostras para análise;
- PAFQ.150.0 – *Silliker*, Procedimento de Análise Físico-Química. Determinação de Mercúrio. Método espectrofotométrico de absorção atómica com geração de vapor frio, 2013;
- PAFQ.197.0 – *Silliker*, Procedimento de Análise Físico-Química. *Determinação da acidez*, 2017;
- PAFQ.206 – *Silliker*, Procedimento de Análise Físico-Química. Determinação do fósforo total, 2017;
- PAFQ.215 – *Silliker*, Procedimento de Análise Físico-Química. Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica, 2017;
- PAFQ.372.0 – *Silliker*, Procedimento de Análise Físico-Química. Determinação do teor de cálcio. Método titrimétrico., 2012;
- PCQ.04 – *Silliker*, Procedimento de Controlo da Qualidade.04, Controlo da Qualidade, 2016;
- PCQ.29 – *Silliker*, Procedimento de Controlo da Qualidade.04, Critérios para aceitação de calibrações externas, 2016;
- PEQ.01 – *Silliker* – Procedimento de Utilização de Equipamento – Agitador, placas e manta;

- PEQ.05 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Banhos;
- PEQ.07 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Material volumétrico de vidro;
- PEQ.08 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Centrífuga;
- PEQ.09 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Equipamentos metrológicos de contagem de tempo;
- PEQ.12 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Potenciómetro;
- PEQ.13 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Estufas;
- PEQ.14 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Frigoríficos;
- PEQ.16 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Homogeneizadores;
- PEQ.20 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Muflas;
- PEQ.22 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Vortex;
- PEQ.27 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Dispensadores;
- PEQ.33 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro
- PEQ.36 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Instrumentos de pesagem;
- PEQ.40 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Evaporador rotativo;
- PEQ.49 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Micropipetas;
- PEQ.50 – Silliker – Procedimento de Utilização de Equipamento – Espectrofotómetro UV/Vis;
- PGL.06 – *Silliker*, Procedimento de Gestão do Laboratório, Gestão de soluções, 2016;
- PGQ.02 – *Silliker*, Procedimento de Gestão da Qualidade, Aquisição de produtos, 2016;
- PGQ.03 – *Silliker*, Procedimento de Gestão da Qualidade, Gestão da documentação, 2015;
- PGQ.13 – *Silliker*, Procedimento de Gestão da Qualidade, Auditorias Internas, 2013;
- PGQ.16 – *Silliker* – Procedimento de Gestão de Qualidade - Gestão do equipamento de medição e ensaio, 2016;

- Regulamento (CEE) nº 2568/91 da Comissão Europeia de 11 de julho de 1991;
- SOP.008 – *Statistical Process Control Charting – Chemistry* (Cartas de controlo – Controlo estatístico do processo – Química).
- VIM 2012 - Vocabulário Internacional de Metrologia, Instituto Português da Qualidade (IPQ), 2012, ISBN 978-972-763-00-6.


9. ANEXOS


9.1. ANEXO 1 – NP 1987:2002 – CARNES E PRODUTOS CÁRNEOS. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDROXIPROLINA. MÉTODO DE REFERÊNCIA.


Resumo do processo:


A amostra é hidrolisada em ácido sulfúrico a 105 °C e filtrada. O filtrado é diluído e é adicionada cloramina-T, que oxida a hidroxiprolina e forma um composto vermelho com p-dimetilaminobenzaldeído. A concentração de hidroxiprolina é determinada pela leitura espectralométrica no comprimento de onda de 558 nm.


Tabela 3 – Relatório de auditoria ao método NP 1987:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. NP 1987:2002. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Carnes, derivados e produtos cárneos – Normas Portuguesas – e Pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	NC	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), não se encontra registada no IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, 2008-12-03.
O procedimento é seguido pelos analistas?	C	Procedimento seguido corretamente.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	C	a) Amostra n.º 2016/080087 (morcela) b) Lista de trabalho n.º 2016/041380 c) Balança 2A, estufa 14H, sonda de trabalho 86DK, conta-minutos 59AI, banho 9C, sonda de trabalho 86CR, stepper 77E, espectrofotómetro 78C, frigorífico 35H e sonda de trabalho 191K.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	C	a) Sim. IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina e IQ. 164.0 Soluções de calibração L-hidroxiprolina. b) Sim. Impresso IQ.90.1B, validado em 2015-11-19.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	C	a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2A, estufa 14H, sonda de trabalho 86DK, conta-minutos 59AI, banho 9C, sonda de trabalho 86CR, stepper 77E, espectrofotómetro 78C, frigorífico 35H, sonda de trabalho 191K e sondas de referência 110G, 110H e 102D. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos 2A, 14H, 9C, 78C, 77E, 110G, 110H e 102D têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		- Os equipamentos 86DK, 86CR e 191K têm a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	<p>NC</p> <p>b1) b3)</p> <p>b5)</p>	<p>a1) Estufa 14H</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrada por CATIM em 2015-09-02, certificado de calibração n.º LMT20155009050/40A emitido em 2016-03-01. Apto em 2016-03-03.</p> <p>Próxima calibração a 2016-09 (Nota: Constatou-se que na data da auditoria, o equipamento já tinha sido calibrado (2016-10-05). No entanto o certificado de calibração ainda não foi emitido.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (NOTA: o IQ da carta de controlo não se encontra legível, logo não é rastreável).</p> <p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento -</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		<p>última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de outubro (NOTA: a analista afirmou que não realizou a manutenção devido à falta de disponibilidade do equipamento ou da própria).</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Sonda 86DK associada ao equipamento 14H</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DK: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada por CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração em 2016-06.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		<p>Verificação: verificada em agosto de 2016, próxima verificação em agosto de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p> <p>a3) Banho 9C</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrada por EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3243/16 emitido em 2015-12-14. Apto em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento (Nota: o IQ da carta de controlo não se encontra legível, logo não é rastreável).</p> <p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		<p>2016-10-13. Analista escreve PME no procedimento, em vez de PEQ.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Sonda 86CR associada ao equipamento 9C</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CR: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada por CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração em 2016-06.</p> <p>Verificação: verificada em maio de 2016, próxima verificação em maio de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna – Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas -</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		<p>Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim.</p> <p>a5) Frigorífico 35H</p> <p>b5) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores.</p> <p>Verificação: não foi evidenciado o registo da verificação no dia 2016-11-02. Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-10.</p> <p>c5) NA. d5) Sim.</p> <p>a6) Sonda 191K associada ao equipamento 35H</p> <p>b6) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191K: sonda 102D calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/10 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		<p>Verificação: verificada em março de 2016, próxima verificação em março de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c6) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d6) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	<p>NC</p> <p>d2) d3)</p> <p>d4)</p>	<p>a1) Stepper 77E</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>Calibração: calibrada por Frilabo em 2016-07-12, certificado de calibração n.º 3264/16 emitido em 2016-07-12.</p> <p>Apta em 2016-07-14. Próxima calibração a 2016-10 (Nota: a data de próxima calibração está fora de validade, mas pode já ter sido calibrada). Verificação: verificado o impresso IQ.45 Verificação diária das micropipetas.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Balão volumétrico</p> <p>b2) lote D12 (1000 ml); lotes F12 e G14 (500 ml); lotes A14, A08, B15 e</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		<p>D7 (250 ml) e lotes 0554, A15, D14, E14 e G15 (100 ml).</p> <p>c2) NA. d2) Não.</p> <p>a3) Provetas</p> <p>b3) lote 0529 (250 ml); lotes 0289 e 444 (100 ml); lote 443 (50 ml).</p> <p>c3) NA. d3) Não.</p> <p>a4) Pipetas volumétricas</p> <p>b4) lote H14 (50 ml); lote C04 (40 ml); lote A12 (30 ml); lote J14 (20 ml); lote A16 (10 ml); lotes B12, D15 e K12 (5 ml); lotes B03 (2003) e E15 (4 ml).</p> <p>c4) NA. d4) Não.</p> <p>Nota: algum material de vidro não cumpre com o prazo inferior a 5 anos para a realização de ensaios.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são</p>	NC b)	<p>a) Balança 2A</p> <p>b) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>Calibração: calibração efetuada em 2016-05-03, certificado de calibração n.º 3237/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário – não foi evidenciado</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
efetuadas de acordo com o procedimento?		<p>o registo da verificação da balança 2A no dia 2016-11-02.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c) IQ.199.2B, validado em 2016-02-23.</p> <p>d) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	NC b3)	<p>a1) Conta-minutos 59AI</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>Calibração: cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58.</p> <p>Verificação: verificado o IQ.54.1B</p> <p>Boletim de verificação interna - Conta minutos.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>Calibração: calibrado por CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		<p>2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Manutenção: equipamento limpo – OK c2) Sim. d2) Sim. a3) Espectrofotómetro 78C b3) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV/Vis. Calibração: calibrado por SOQUILAB em 2016-09-22, certificado de calibração n.º 16.09.0904 emitido em 2016-09-22. Apto em 2016-09-28. Próxima calibração a 2017-09. Verificação: Não foram evidenciados os registos das verificações semanais do equipamento n.º 78C espectrofotómetro. Última verificação realizada em 2016-10-13. Manutenção: equipamento limpo - OK c3) IQ.165.4 Análise de verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio, validado a 2015-09-17. d3) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p>		<p>a1) Solução de ácido sulfúrico: Sim. Verificado o IQ. Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (NOTA: o IQ não se encontra legível, logo não é rastreável); b1) NA.</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
b) Existem os certificados de lote?		<p>a2) Solução-tampão: Sim. Verificado o IQ. Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (NOTA: o IQ não se encontra legível, logo não é rastreável); b1) NA.</p> <p>a3) Ácido cítrico monohidratado: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido cítrico (A9) (lote: 0000478481); b3) Sim.</p> <p>a4) Hidróxido de sódio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B4) (lote: B1089898); b4) Sim.</p> <p>a5) Acetato de sódio anidro: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do acetato de sódio anidro (C60) (lote: AM0804568); b5) Sim.</p> <p>a6) 1-propanol: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 1-propanol (D14) (lote: P1E025271E); b6) Não há certificado de lote.</p> <p>a7) Reagente cloramina-T: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da cloramina-T (F50) (lote: K48314926); b7) Sim.</p> <p>a8) Ácido perclórico: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido perclórico (H18) (lote: 16D214006); b8) Sim.</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		<p>a9) 2-propanol: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 2-propanol (D15) (lote: 16C040507) (NOTA: n.º de lote trocado - 16C050407); b9) Sim.</p> <p>a10) p-dimetilaminobenzaldeído: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do 4-(dimetilamina)benzaldeído (F38) (lote: N015051558); b10) Sim.</p> <p>a11) Solução padrão de hidroxiprolina: Sim. Verificado o IQ. Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (NOTA: o IQ não se encontra legível, logo não é rastreável); b11) NA.</p> <p>a12) Hidroxiprolina: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da L-Hidroxiprolina (F37) (lote: K44839306); b12) Sim.</p>
<p>A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)?</p> <p>a) Repetibilidade.</p> <p>b) Precisão intermédia.</p> <p>c) Incerteza.</p>		<p>a) Repetibilidade definida na norma.</p> <p>b) Precisão intermédia atualizada em 2013.</p> <p>c) Incerteza atualizada em 2013.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) N.º da amostra.</p> <p>b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).</p>		<p>a) Amostra n.º 2016/073853</p> <p>b) Lista de trabalho n.º 2016/038710</p> <p>c) Boletim analítico n.º 80873/EGI/16</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
c) N.º do boletim analítico.		
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		a) Sim. b) Sim. 2A, 14H, 9C e 78C. c) Sim. Verificado no IQ.76.1C Reta de calibração da hidroxiprolina e na lista de trabalho.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		a) Verificado o teste de fórmulas no LIMS, cálculos corretos. Erro de transcrição do valor da concentração em hidroxiprolina da diluição do hidrolisado = 1,00260 µg/ml para o LIMS – 1,002060). Resultado médio = 0,29 g/100g b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento a duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada?		a) Pasta de recursos humanos 1A: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?		<p>- Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14)</p> <p>- Certificado de habilitações - OK</p> <p>- CV - OK - Atualizado em 2015-02-27.</p> <p>b) A analista está qualificada para esta determinação.</p> <p>IQ.25 Descrição de funções, Ana Neves (2015-04-16).</p> <p>IQ.26 Lista de competências (a analista adequou competência para este ensaio em).</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>		<p>a) Sim.</p> <p>b) Sim. Abril de 2016 - LGC (Milk_28)</p> <p>- Amostra n.º 2016/029935. Em realização ECI Silliker (amostra n.º 2016/072903).</p> <p>c) NA.</p>
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?</p> <p>b) Os registos são corretamente efetuados?</p> <p>c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?</p>		<p>a) Sim. DPCS Turkey Spam Hydroxyproline (barcode PR054-NOV15).</p> <p>b) Sim.</p> <p>c) RSD < 5% - 0,12%</p> <p>d) NA.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 2 e 3 de novembro de 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1987:2002 – Norma Portuguesa – Carne e produtos cárneos. Determinação do teor de hidroxiprolina. Método de referência.	
	C/NC/NA	
d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?		
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.2. ANEXO 2 – NP 475:1983 – LEITES. DETERMINAÇÃO DO RESÍDUO SECO E RESÍDUO SECO ISENTO DE MATÉRIA GORDA.


Resumo do processo:


O resíduo seco é determinado pela massa mínima do resíduo que permanece após evaporação da amostra em estufa. O resíduo seco isento de matéria gorda é determinado, subtraindo ao resultado final, a matéria gorda do leite em análise, determinada segundo a norma portuguesa NP 468 – Determinação da matéria gorda pela técnica de Röse Gottlieb.


Tabela 4 – Relatório de auditoria ao método NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. NP 475:1983. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Laticínios – Normas Portuguesas – Pasta 1 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2013-07-04.
O procedimento é seguido pelos analistas?	C	Procedimento foi seguido corretamente pelas analistas. Amostra foi preparada segundo o procedimento PAFQ.044.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) N.º da amostra.</p> <p>b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).</p> <p>c) N.º dos equipamentos utilizados.</p>	C	<p>a) Amostra n.º 2016/080509</p> <p>b) Lista de trabalho n.º 2016/041463</p> <p>c) Balança 2F, estufa 14D, sonda de trabalho 86CJ, cronómetro 59AH, banho 16J e sonda de trabalho 86CX.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem impressos associados ao método?</p> <p>b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	C	<p>a) Sim. IQ.90.1B Determinação de água, humidade e perda de massa por secagem.</p> <p>b) Sim. Impresso IQ.90.1B, validado em 2015-11-19.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados?</p> <p>b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).</p>	C	<p>a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: Balança 2F, estufa 14D, sonda de trabalho 86CJ, sondas de referência 110G e 110H, conta-minutos 59AH e cronómetro de referência 58.</p> <p>b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.</p> <p>Os equipamentos 2F, 14D, 110G e 110H têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).</p> <p>Os equipamentos 86CJ e 59AH têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
		Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	<p>NC</p> <p>b1) b3)</p>	<p>a1) Estufa 14D</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrada por CATIM em 2015-09-02, certificado de calibração n.º LMT20155009050/30 emitido em 2015-12-11. Apto em 2016-01-05.</p> <p>Próxima calibração a 2016-09 (Nota: constatou-se que na data da auditoria, o equipamento já tinha sido calibrado (2016-10-05). No entanto o certificado de calibração ainda não foi emitido).</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
		<p>encontra-se a manutenção relativa ao mês de outubro.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Sonda 86CJ associada ao equipamento 14D</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CJ: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada por CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>Verificação: verificada em maio de 2016, próxima verificação a maio de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
		<p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p> <p>a3) Banho 16J</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3</p> <p>Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrado por CATIM em 2015-09-04, certificado de calibração n.º</p> <p>LMT20155009050/180 emitido em 2015-12-14. Apto em 2016-01-05.</p> <p>Próxima calibração a 2016-09 (Nota: constatou-se que na data da auditoria, o equipamento já tinha sido calibrado (2016-10-04). No entanto o certificado de calibração ainda não foi emitido).</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos não se encontram atualizados. Último registo em 2016-05-17.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
		<p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-27.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Sonda 86CX associada ao equipamento 16J</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CX: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º</p> <p>LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24.</p> <p>Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º</p> <p>LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apto em 2015-07-01.</p> <p>Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>Verificação: verificada em maio de 2016, próxima verificação em maio de 2017.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
		<p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p>	C	<p>a) Balança 2F</p> <p>b) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	<p>Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016</p> <p>Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva</p> <p>NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.</p>	
	C/NC/NA	
<p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>Calibração: calibrada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3241/16, emitido por EIA em 2016-05-05. Apto em 2016-06-15, próxima calibração em 2017-05.</p> <p>Verificação: verificado o IQ.199.2B</p> <p>Verificação interna de balanças</p> <p>Diário - 2016-11-03/04/07.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c) IQ.199.2B, validado em 2016-02-23.</p> <p>d) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Conta-minutos 59AH</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>Calibração: cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58.</p> <p>Verificação: verificado o IQ.54.1B</p> <p>Boletim de verificação interna - Conta minutos.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
		<p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>Calibração: calibrado por CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c2) Sim. d2) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>	C	<p>a) Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da areia do mar (F36) (lote: TA2052812).</p> <p>b) Sim.</p>
<p>A validação do método está atualizada (≤5 anos)?</p> <p>a) Repetibilidade.</p> <p>b) Precisão intermédia.</p> <p>c) Incerteza.</p>	NC b) c)	<p>a) Repetibilidade definida na norma.</p> <p>b) Precisão intermédia atualizada em 2008.</p> <p>c) Incerteza atualizada em 2007.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p>	C	<p>a) Amostra n.º 2016/062990.</p> <p>b) NA.</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.		c) Boletim analítico n.º 68046/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	C	a) NA. b) Sim. 2F, 14D, 14H. c) NA.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	C	a) Verificado o teste de fórmulas no LIMS, cálculos corretos. Resultado médio = 8,66 g/100g. Ambos os duplicados cumprem com o critério de repetibilidade (0,05 g/100g). b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento a uma casa decimal.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada?	C	a) Pasta de recursos humanos 1C: IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK IQ.25.2 Descrição de funções - OK

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	<p>Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016</p> <p>Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva</p> <p>NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.</p>	
	C/NC/NA	
<p>b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?</p>		<p>IQ.26.0 Lista de competências - OK</p> <p>Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14)</p> <p>Certificado de habilitações - OK</p> <p>CV - OK - Atualizado em 2015-02-24.</p> <p>b) A analista está qualificada para esta determinação.</p> <p>IQ.25 Descrição de funções (2015-04-16) IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de junho de 2012).</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	C	<p>a) Sim.</p> <p>b) Sim. Abril de 2016 - LGC (Milk_28) - Amostra n.º 2016/029935. Em realização ECI Silliker (amostra n.º 2016/072903).</p> <p>c) NA.</p>
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?</p> <p>b) Os registos são corretamente efetuados?</p>	C	<p>a) Sim. DPCS Milk powder (barcode PR054-NOV15).</p> <p>b) Sim.</p> <p>c) RSD < 5% - 0,12%.</p> <p>d) NA.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 a 7 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 475:1983 – Leites. Determinação do resíduo seco e resíduo seco isento de matéria gorda.	
	C/NC/NA	
c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?		
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.3. ANEXO 3 – NP 477:1983 – LEITES. DETERMINAÇÃO DA CINZA TOTAL.


Resumo do processo:


O leite é evaporado até à secura e posteriormente calcinada. O resíduo mineral obtido é pesado e a cinza total determinada.


Tabela 5 – Relatório de auditoria ao método NP 477:1983 – Leites. Determinação da cinza total.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. NP 477:1983. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Lacticínios – Normas Portuguesas – Pasta 1 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos). Existe um registo no IQ.11.3 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2009-04-22.
O procedimento é seguido pelos analistas?	C	Em vez de secar a amostra no banho, usou-se uma estufa. O objetivo é retirar a humidade da amostra, por isso, o facto de usar a estufa não influencia os resultados. Na norma é referido que a temperatura da mufla não deve


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
		<p>exceder os 450 °C e a analista utiliza uma mufla a 425 °C.</p> <p>Não foi adicionado ácido acético, pois a amostra é completamente seca em estufa, o que não impede a incineração posterior, mesmo que se forme a película.</p> <p>Os duplicados não cumpriram o critério de repetibilidade (0,01). Os resultados foram 0,74 e 0,75 e a diferença entre eles é de 0,0119, no entanto, o sistema informático arredonda os resultados às décimas, resultando numa diferença de 0,01. Foi aberta a não conformidade (NC 1018/Q/Nov16), ou seja, analista procedeu como definido no procedimento interno.</p>
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	C	a) Amostra n.º 2016/082649. b) Lista de trabalho nº 2016/042475. Lista de Confirmação de Determinações nº 2016/009348. c) Balança 2F, estufa 14H; sonda de trabalho 86DK, estufa 13C, placa elétrica 51B, hotte 44C, mufla 34B, sonda de trabalho 123C, banho 16J e sonda de trabalho 86CX.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	NC b2)	a1) Sim. IQ.90.1A Determinação de cinza. b1) Impresso IQ.90.1A validado em 2015-11-19. a2) IQ 28.0A Avaliação da confirmação de ensaios - Duplicados - r em valor absoluto. b2) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.28.0A.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	C	a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2F; massas 75, 76, 104 e 183; estufa 14H; sonda de trabalho 86DK; estufa 13C; placa elétrica 51B; hotte 44C; anemómetro 131; mufla 34B; sonda de trabalho 123C; sonda de referência 122; banho 16J; sonda de trabalho 86CX e sondas de referência 110G e 110H. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. Os equipamentos 14H, 2F, 75, 76, 104 e 183, 16J, 110G, 110H, 34B e 122 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). Os equipamentos 86DK, 86CX, 123C têm a etiqueta de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	C/NC/NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Estufa 14H</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3</p> <p>Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrada por EIA em 2016-10-04, certificado de calibração n.º 7967/16 emitido em 2016-10-05. Apta em 2016-11-04. Próxima calibração a 2017-10.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>Manutenção: última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de outubro (Nota: a analista afirma que não realizou a mesma devido a falta de disponibilidade do equipamento ou da própria) - Não conformidade já detetada e registada em auditoria anterior: 1085/Q/DEZ16).</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
		<p>a2) Sonda 86DK associada ao equipamento 14H</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DK: sonda 110G calibrada por EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º 4768/16 emitido em 2016-06-16. Apta em 2016-06-29. Próxima calibração a 2017-06; sonda 110H calibrada por CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apta em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Verificação: verificada em agosto de 2016, próxima verificação em agosto de 2017. Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p>


	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	C/NC/NA	
		<p>a3) Mufla 34B</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.20 Muflas.</p> <p>Calibração: calibrada por EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3252/16 emitido em 2016-05-06. Apta em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos estão atualizados.</p> <p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-13.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Sonda 123C associada ao equipamento 34B</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123C: sonda 122 calibrada por</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
		<p>CATIM em 2016-01-29, certificado de calibração n.º</p> <p>LMT20165000650/10 emitido em 2016-01-29. Apta em 2016-02-04. Próxima calibração a 2017-01.</p> <p>Verificação: verificada em novembro de 2016, próxima verificação em novembro de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim.</p> <p>a5) Placa 51L</p> <p>b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01 Agitadores, placas e mantas. Manutenção: equipamento limpo - OK.</p> <p>c5) NA. d5) Sim.</p> <p>a6) Banho 16J</p> <p>b6) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3</p>


	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	C/NC/NA	
		<p>Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrado por CATIM em 2015-09-04, certificado de calibração n.º</p> <p>LMT20155009050/180 emitido em 2015-12-14. Apto em 2016-01-05.</p> <p>Próxima calibração a 2016-09 (Nota: constatou-se que na data da auditoria, o equipamento já tinha sido calibrado (2016-10-04). No entanto o certificado de calibração ainda não foi emitido).</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - OK.</p> <p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-27.</p> <p>c6) NA. d6) Sim.</p> <p>a7) Sonda 86 CX associada ao equipamento 16J</p> <p>b7) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
		<p>86CX: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º</p> <p>LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apta em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada por CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º</p> <p>LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apta em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>Verificação: verificada em maio de 2016, próxima verificação em maio de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c7) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d7) Sim.</p>
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?	NA	


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	C	a1) Balança 2F b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração: calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3241/16, emitido por EIA em 2016-05-05. Apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05. Verificação: verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-11-17 e 2016-11-21. Manutenção: equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2F

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
		<p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>Calibração:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Massa de 5mg (Ref interna: 104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7290/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 1g (Ref interna: 183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 10g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 100g (Ref interna: 75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
		c3) NA. d3) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	NC b2)	a1) Hotte 44C b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. Verificação: verificado o impresso IQ.08 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - Verificação não se encontra atualizada - último registo a 2015-09-14 - já detetada e registada em auditoria anterior a não conformidade NC 1092/Q/DEZ16. Manutenção: equipamento limpo - OK c1) Impresso IQ.08 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL, validados em 2011-11-25; d1) Sim. a2) Anemómetro 131 b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. Verificação: não há registos da verificação do anemómetro, que é feita aquando da calibração

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
		externa da câmara de fluxo laminar. Manutenção: Equipamento limpo - OK c2) Impresso IQ.08 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL, validados em 2011-11-25. d2) NA.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	NA	
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	NC b) c)	a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2008. c) Incerteza atualizada em 2007.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	C	a) Amostra n.º 2016/076301. b) NA. c) Boletim analítico n.º 84101/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)?	C	a) NA. b) Sim. 2F, 14H, 34B. c) NA.

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	C	a) Verificado o teste de fórmulas no LIMS, cálculos corretos. Resultado médio = 0,7320 g/100g b) Os resultados são expressos em g/100g, com arredondamento às décimas.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	C	a) Pasta de recursos humanos 1C: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções (2015-04-16).


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 a 21 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 477:1983 – Norma Portuguesa – Leites. Determinação da cinza total.	
	C/NC/NA	
		IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	C	a) Sim. b) Sim. Amostra cega (outubro 2016) nº 2016/083216. Aguardando o relatório ECI Silliker (Leite pasteurizado) amostra n.º 2016/072903). c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	C	a) Sim. DPCS Milk powder (barcode PR051-NOV15). b) Sim. c) NA. d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.4. ANEXO 4 – NP 1615:2002 –CARNE E PRODUTOS CÁRNEOS. DETERMINAÇÃO DA CINZA TOTAL. MÉTODO DE REFERÊNCIA.


Resumo do processo:


A amostra é seca em estufa, carbonizada numa placa elétrica e incinerada em mufla. A cinza, de cor acinzentada, é pesada após arrefecimento.


Tabela 6 – Relatório de auditoria ao método NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. NP 1615:2002. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Carnes e produtos cárneos – Normas Portuguesas – Pasta 1 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos). Existe um registo no IQ.11.3 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, de uma cópia controlada, com a data de 2007-09-04.
O procedimento é seguido pelos analistas?	C	O cadinho não foi previamente colocado em mufla, durante 20min, foi diretamente retirado do exsiccador e já estava previamente tarado. Uma vez que não se tratava de um cadinho novo, ou previamente lavado com ácido, o


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		passo de o colocar na mufla não foi necessário. O cadinho com a toma foi seco em estufa, durante uma noite, em vez de 1 hora, como está definido na norma. A perda de humidade não é um passo crucial deste método, influenciando apenas o tempo de carbonização, desta forma, o tempo em estufa não influencia o resultado final. Não foi necessário tratar as amostras com peróxido de hidrogénio.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	C	a) Amostra n.º 2016/082159 (linguiça). b) Lista de trabalho nº 2016/042200 c) Moinho granulador 121E; balança 2F; estufa 14H; sonda de trabalho 86DK; placa elétrica 51L; hotte 44C; mufla 34D; sonda de trabalho 123B.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	C	a) Sim. IQ.90.1A Determinação de cinza. b) Sim. Impresso IQ.90.1A, validado em 2015-11-19.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	<p>Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016</p> <p>Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva</p> <p>NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos.</p> <p>Determinação da cinza total. Método de referência.</p>	
	C/NC/NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados?</p> <p>b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).</p>	C	<p>a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: moinho granulador 121E; balança 2F; massas 75, 76, 104 e 183; estufa 14H; sonda de trabalho 86DK; sondas de referência 110G e 110H; placa elétrica 51L; hotte 44C; anemómetro 131; mufla 34D; sonda de trabalho 123B e sonda de referência 122.</p> <p>b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.</p> <p>- Os equipamentos balança 2F, 75, 76, 104 e 183; 14H; 110G; 110H; 34D e 122 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).</p> <p>- Os equipamentos 86DK e 123B têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p>		<p>a1) Estufa 14H</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		Medição e monitorização das temperaturas. Calibração: calibrada por EIA em 2016-10-04, certificado de calibração n.º 7967/16 emitido em 2016-10-05. Apta em 2016-11-04. Próxima calibração a 2017-10. Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (dia em que foi usada a estufa: 2016-11-11). Manutenção: última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de outubro. (Nota: não-conformidade já detetada e registada em auditoria anterior: 1085/Q/DEZ16). a2) Sonda 86DK associada ao equipamento 14H b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86DK: sonda 110G calibrada por


	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	C/NC/NA	
		<p>EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º 4768/16 emitido em 2016-06-16. Apta em 2016-06-29. Próxima calibração a 2017-06; sonda 110H calibrada por CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º</p> <p>LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apta em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>Verificação: verificada em agosto de 2016, próxima verificação em agosto de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p> <p>a3) Mufla 34D</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.20.0 Muflas.</p> <p>Calibração: calibrada por EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3253/16 emitido em</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		2016-05-06. Apta em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05. Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos estão atualizados para o dia em que a mufla foi usada. Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-10-13. c3) NA. d3) Sim. a4) Sonda 123B associada ao equipamento 34D b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123B: sonda 122 calibrada pelo CATIM em 2016-01-29, certificado de calibração n.º LMT20165000650/10 emitido em 2016-01-29. Apta em 2016-02-04. Próxima calibração a 2017-01. Verificação: verificada em novembro de 2016, próxima verificação em novembro de 2017.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		Manutenção: equipamento limpo - OK c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim. a5) Placa elétrica 51L b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. Manutenção: equipamento limpo - OK. c5) NA. d5) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são	NA	


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
efetuadas de acordo com o procedimento?		
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	C	a1) Balança 2F b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração: calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3241/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05. Verificação: verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2016-11-11 e 2016-11-15. Manutenção: equipamento limpo – OK c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim. a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2F b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem Calibração:

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		- Massa de 5mg (Ref interna: 104): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7290/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 1g (Ref interna: 183): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 10g (Ref interna: 76): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 100g (Ref interna: 75): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados?	NC b1) b2)	a1) Hotte 44C b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		Verificação: verificado o impresso IQ.08 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - último registo a 2015-09-04 (verificação é anual). Manutenção: equipamento limpo - OK c1) NA. d1) Sim. a2) Anemómetro 131 b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro. Verificação: não foi evidenciada a verificação do anemómetro Manutenção: equipamento limpo - OK c2) NA. d2) Não. a3) Moinho granulador 121E b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise.

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		Verificação: verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. Manutenção: equipamento limpo - OK c3) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d4) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	NA	
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	NC b) c)	a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2004. c) Incerteza atualizada em 2004.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	C	a) Amostra n.º 2016/077692. b) NA. c) Boletim analítico n.º 84743/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso:	C	a) NA. b) Sim. 2F, 14H, 34D. c) NA.

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	C	a) Verificado o teste de fórmulas no LIMS, cálculos corretos. Resultado médio = 3,6686 g/100g (Nota: o sistema informático arredonda com valor médio de $(3,62+3,71 = 3,665)$ para 3,66. b) Os resultados são expressos em percentagem em massa e apresentados com duas casas decimais.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	C	a) Pasta de recursos humanos 1C: IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK IQ.25.2 Descrição de funções - OK IQ.26.0 Lista de competências - OK Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14). Certificado de habilitações - OK CV - OK - Atualizado em 2015-02-24.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 11 a 15 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 1615:2002 – Carne e produtos cárneos. Determinação da cinza total. Método de referência.	
	C/NC/NA	
		b) A analista está qualificada para esta determinação. IQ.25 Descrição de funções (2015-04-16). IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de junho de 2012).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	C	a) Sim. b) Sim. Março de 2016 - LGC (Meat_730) - Amostra n.º 2016/019603. 2ª prevista para novembro (21-11) LGC (Processed Meat_731). c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	C	a) Sim. DPCS Turkey Spam (barcode PR702-JUN15). b) Sim. c) RSD < 2% - 2,13% (ver NC 280/Q/Abril16) d) NC 110/Q/Janeiro16, fechada a 2016-01-11 por AO. NC 280/Q/Abril16, fechada a 2016-10-17 por LS. NC 284/Q/Abril16, fechada a 2016-04-18 por LS. NC 1024/Q/Junho16, corrigida a 2016-10-14 por LS.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.5. ANEXO 5 – NP 875:1994 (COM EXCLUSÃO DO PONTO 8.2.1.3) – ALIMENTOS PARA ANIMAIS. DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HUMIDADE.


Resumo do processo:


O teor de humidade é determinado pela perda de massa após secagem da amostra em estufa, em condições específicas.


Tabela 7 – Relatório de auditoria ao método NP 875:1994 – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. NP 875:1994. (Nota: a NP 875 refere a NP 3256 (colheita) e NP 915 (preparação) - obsoletas). c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Alimentos para animais – Normas Portuguesas – Pasta 1 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.5 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2013-07-04.
O procedimento é seguido pelos analistas?	C	Procedimento seguido corretamente.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra.	C	a) Amostra n.º 2016/085433 (matéria prima - farinha de peixe) b) Lista de trabalho nº 2016/043748


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.		c) Balança 2F; estufa 14D; sonda de trabalho 86CJ; conta-minutos 59AH; moinho ultracentrífugo 130B.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	C	a) Sim. IQ.90.1B Determinação de água, humidade e perda de massa por secagem. No impresso utilizado, IQ.90.1B a analista registou as duas estufas utilizadas (14H e 14D), no entanto não é rastreável em qual das estufas a analista realizou cada um dos ensaios. Não conformidade aberta em auditoria anterior. b) Sim. Impresso IQ.90.1B, validado em 2015-11-19.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	C	a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: balança 2F; massas 75, 76, 104 e 183; estufa 14D; sonda de trabalho 86CJ; sondas de referência 110G e 110H; conta-minutos 59AH; cronómetro de referência 58 e moinho ultracentrífugo 130B. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos balança 2F, massas 75, 76, 104 e 183; estufa 14D; sondas de referência 110G e 110H e cronómetro de referência 58 têm


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
		<p>etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).</p> <p>- Os equipamentos 86CJ e 59AH têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Estufa 14D</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrada por em 2016-10-04, certificado de calibração n.º 7966/16 emitido em 2016-10-05. Apta em 2016-11-04. Próxima calibração a 2017-10.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (estufa foi utilizada no dia 2016-11-17).</p> <p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-09-22. Em falta encontra-se a</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
		<p>manutenção relativa ao mês de outubro e novembro. Não conformidade detetada e registada em auditoria anterior NC 1026/Q/Dez16.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Sonda 86CJ associada ao equipamento 14D</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CJ: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apta em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-7; sonda 110H calibrada por CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apta em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>Verificação: verificada em Maio de 2016, próxima verificação em Maio de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
		c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p>	C	<p>a1) Balança 2F</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração: calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3241/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
<p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>Verificação: verificado o IQ.199.2B</p> <p>Verificação interna de balanças Diário - 2016-11-11 e 2016-11-15.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2F</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>Calibração:</p> <p>- Massa de 5mg (Ref interna: 104): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7290/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 1g (Ref interna: 183): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 10g (Ref interna: 76): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
		<p>13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 100g (Ref interna: 75): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Conta-minutos 59AH</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>Calibração: cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro n.º 58.</p> <p>Verificado: verificado o IQ.54.1B</p> <p>Boletim de verificação interna - Conta minutos (verificado a 2016-04-29).</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>Calibração: calibrado por CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
		<p>n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01.</p> <p>Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) Moinho ultracentrifugo ZM 200 130B</p> <p>b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1</p> <p>Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c3) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d3) Sim.</p>
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	NA	

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
<p>A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)?</p> <p>a) Repetibilidade.</p> <p>b) Precisão intermédia.</p> <p>c) Incerteza.</p>	C	<p>a) Repetibilidade definida na norma.</p> <p>b) Precisão intermédia atualizada.</p> <p>c) Incerteza atualizada.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) N.º da amostra.</p> <p>b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).</p> <p>c) N.º do boletim analítico.</p>	C	<p>a) Amostra n.º 2016/063168.</p> <p>b) NA.</p> <p>c) Boletim analítico n.º 74777/EGI/16.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>- Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso:</p> <p>a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)?</p> <p>b) Rastreabilidade aos equipamentos?</p> <p>c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?</p>	C	<p>a) NA.</p> <p>b) Sim. 2F, 14D.</p> <p>c) NA.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no</p>	C	<p>a) Verificado o teste de fórmulas no LIMS, cálculos corretos. Resultado médio = 12,8 g/100g</p> <p>O duplicado cumpre com o critério de repetibilidade ($< 0,2$ g/100g).</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		b) Os resultados são apresentados em percentagem (g/100g), com arredondamento às décimas.
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	C	<p>a) Pasta de recursos humanos 1C:</p> <ul style="list-style-type: none"> - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-02-24. <p>b) A analista está qualificada para esta determinação.</p> <p>IQ.25 Descrição de funções (2015-04-16).</p> <p>IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de junho de 2012).</p>
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	C	<p>a) Sim.</p> <p>b) Sim. Janeiro de 2016 - Silliker (Alimentos para animais) - Amostra n.º 2016/003733. Fevereiro de 2016 - Bipea (Alimentos para animais) Amostra nº 2016/005698. Abril de 2016 - Bipea (Alimentos para animais) Amostra nº 2016/022763. Maio de 2016 - Bipea (Alimentos para animais)</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 e 18 de novembro 2016	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	NP 875:1994 (com exclusão do ponto 8.2.1.3) – Alimentos para animais. Determinação do teor de humidade.	
	C/NC/NA	
		Amostra nº 2016/030045. Setembro de 2016 - Bipea (Alimentos para animais) Amostra nº 2016/063168. c) NC 282/Q/Abril2016, fechada a 2016-07-15 por LF.
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?</p> <p>b) Os registos são corretamente efetuados?</p> <p>c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?</p> <p>d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?</p>	NA	Não existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS) para este método.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.6. ANEXO 6 – ISO 17189:2003 (IDF 194:2003) – BUTTER, EDIBLE OIL EMULSIONS AND SPREADABLE FATS – DETERMINATION OF FAT CONTENT (REFERENCE METHOD).


Resumo do processo:


A matéria gorda é extraída da amostra pela realização de várias extrações com solventes orgânicos. A fase do solvente e gordura vai sendo transferida para um balão e após a evaporação do solvente, é determinada a massa mínima por pesagens sucessivas de secagens.


Tabela 8 – Relatório de auditoria ao método ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. ISO 17189:2003 (IDF 194:2003). c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Laticínios – Normas ISO – Pasta 3 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2016-11-23.
O procedimento é seguido pelos analistas?	NC	Norma refere que a amostra deve ser aquecida na própria embalagem, a uma temperatura


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>que não exceda os 30°C, para facilitar a homogeneização. Foi constatada a sua preparação segundo a metodologia definida no PAFQ.044 (como a amostra se encontrava em papel, esta foi integralmente transferida para o gobelé e homogeneizada à temperatura ambiente).</p> <p>São usados balões de fundo plano de 100 ml, em vez de 125ml, como é referido na norma. Não existem balões de 125 ml no laboratório e uma vez que o total de volume das extrações é de 60 ml, e que, nos balões de 100 ml, a destilação é levada a cabo corretamente, por motivos de logística optou-se por realizar este método em balões de fundo plano de 100 ml.</p> <p>Foi evidenciada a utilização de provetas de 25 ml, no entanto a Norma refere a utilização de provetas de 10 ml e 20 ml.</p> <p>Não foi evidenciado o ensaio em branco ao reagente éter de petróleo (lote em uso desde 2016-12-06: 16J214010). Último ensaio</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		em branco realizado em 2016-06-16 ao lote 16D134014 - impresso IQ.142.5 Registo de ensaios em branco.
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) N.º da amostra.</p> <p>b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).</p> <p>c) N.º dos equipamentos utilizados.</p>	C	<p>a) Amostra n.º 2017/04885 (Creme vegetal - teor de gordura 60%).</p> <p>b) Lista de trabalho nº 2017/003164.</p> <p>c) Armazenagem da amostra: frigorífico 152C, sonda de trabalho 191O.</p> <p>Ensaio: estufa 14B, sonda de trabalho 86X, balanças 2A e 2G, hotte 44B, vortex 4I, centrífuga 31B, evaporador rotativo 30B, sonda de trabalho 86CM, contaminados 59H.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem impressos associados ao método?</p> <p>b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	NC b2)	<p>a1) Sim. Impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos. a2) IQ.142.5 Registo de ensaios em brancos.</p> <p>b1) IQ.142.5 Registo de ensaios em brancos, validado a 2016-06-21.</p> <p>b2) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.23.2D.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p>	C	<p>a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo dos</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).		<p>equipamentos: balança 2A; balança 2G, massas 75, 76, 104 e 183; vortex 4I, estufa 14B; sonda de trabalho 86X, sondas de referência 110G e 110H; evaporador rotativo 30B; sonda de trabalho 86CM; frigorífico 152C; sonda de trabalho 191O; sonda de referência 102D; centrífuga 31B; hotte 44B; anemómetro 131; conta-minutos 59H; cronómetro de referência 58.</p> <p>b) Todos os equipamentos, à exceção do evaporador rotativo 30B, estão devidamente identificados.</p> <p>- Os equipamentos 14B, 110G, 110H, 102D, 2A, 2G, 75, 76, 104, 183, 31B e 58 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).</p> <p>- Os equipamentos sondas de trabalho 191O, 86X, 86CM e 59H têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	<p>NC</p> <p>b5)</p>	<p>a1) Frigorífico 152C</p> <p>b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Verificação: verificado o impresso IQ.111.5 Carta de Controlo (A) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (equipamento usado nos dias 26 e 27 de janeiro de 2017). Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-01-20.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Sonda 191O associada ao equipamento 152C</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191O: sonda 102D calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/10 emitido em 2015-07-16. Apta em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07.</p> <p>Verificação: verificada em março de 2016, próxima verificação a março de 2017 ($5\pm 3^{\circ}\text{C}$) .</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.</p> <p>a3) Estufa 14B</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrada por EIA em 2016-05-02, certificado de</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>calibração n.º 3245/16 emitido em 2016-05-05. Apta em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (dias 25, 26 e 30 de janeiro de 2017).</p> <p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35: última manutenção realizada em 2017-01-09.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Sonda 86X associada ao equipamento 14B</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86X: sonda 110H calibrada por EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apta em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09.</p> <p>Verificação: verificada em novembro de 2016, próxima</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		verificação em novembro de 2017 (verificação realizada a $102\pm 1^{\circ}\text{C}$). Manutenção: equipamento limpo - OK c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim. a5) Evaporador rotativo 30B b5) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.40.0 Evaporador rotativo e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (27-01-2017). Manutenção: última manutenção realizada em 2016-04-18. Em falta encontra-se a manutenção relativa ao mês de janeiro. c5) NA. d5) Sim.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>a6) Sonda 86CM associada ao equipamento 30B</p> <p>b6) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CM: sonda 110G calibrada pelo CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apta em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apta em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Verificação: verificada em maio de 2016, próxima verificação em maio de 2017 (verificação realizada a $60 \pm 1^\circ\text{C}$). Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c6) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d6) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	C	a1) Provetas b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. lote G-10 (25 ml). c1) NA. d1) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	C	a1) Balança 2G b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. Calibração: calibração efetuada no dia 2016-12-05, certificado de calibração n.º 10775/16, emitido por EIA em 2016-12-05, apta em


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		<p>2017-01-18. Próxima calibração em 2017-12. (Nota: a etiqueta refere que a próxima calibração será realizada a 05-2018 porque é a data de calibração das outras balanças).</p> <p>Verificação: verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (dia 26, 30 e 31 de janeiro). Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c1) Sim. IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d1) Sim.</p> <p>a2) Balança 2A b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>Calibração: calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º 3237/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>Verificação: verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-01-27).</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	<p>Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017</p> <p>Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva</p> <p>ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).</p>	
	C/NC/NA	
		<p>Manutenção: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) Sim. IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d2) Sim.</p> <p>a3) Massas utilizadas na verificação diária das balanças 2A e 2G</p> <p>- Massa de 5 mg (Ref interna: 104): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7290/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 1 g (Ref interna: 183): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 10 g (Ref interna: 76): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 100 g (Ref interna: 75): calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. c2) NA. d2) Sim.
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	NC b2)	<p>a1) Vortex 4l</p> <p>b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.22.0 Vortex.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Centrífuga Universal 1200 - 31B</p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.08.0 Centrífuga.</p> <p>Calibração: calibrada por EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3251/16 emitido em 2016-05-06. Apta em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05.</p> <p>(Nota: equipamento não está calibrado para as rotações definidas na norma: 505rpm-714rpm; a norma refere que este passo é opcional).</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>Manutenção: equipamento limpo. c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) Hotte 44B</p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.08 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - último registo a 2016-09-14. (Nota: constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação: 0,25-0,50 m/s. Não há evidência do registo desta não conformidade). Não conformidade detetada e registada em auditoria anterior: 1132/Q/DEZ16).</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Anemómetro 131</p> <p>b4) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>Verificação: não foi evidenciada a verificação do anemómetro (verificação efetuada aquando da calibração externa da câmara de fluxo laminar). Não conformidade detetada e registada em auditoria anterior: 1092/Q/DEZ16).</p> <p>Manutenção: equipamento limpo - OK</p> <p>c4) NA. d4) Não.</p> <p>a5) Conta-minutos 59H</p> <p>b5) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>Verificação: verificado o IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos (verificado a 2016-01-27). Próxima verificação em janeiro de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c5) NA; d5) Sim</p> <p>a6) Cronómetro de referência 58</p> <p>b6) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. Calibração: calibrado por CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Manutenção: equipamento limpo – OK c6) NA. d6) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	C	a1) Éter de petróleo: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter de petróleo (D2) (lote: 16J214010). b1) Sim.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	NC a) b) c)	a) Repetibilidade definida na norma. b) Atualização da precisão intermédia em curso c) Atualização da incerteza em curso.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	C	a) Amostra n.º 2016/091547 (mixed fat spread). b) NA. c) Boletim analítico n.º 1550/EGI/16.

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	<p>Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017</p> <p>Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva</p> <p>ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).</p>	
	C/NC/NA	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>- Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso:</p> <p>a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)?</p> <p>b) Rastreabilidade aos equipamentos?</p> <p>c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?</p>	C	<p>a) NA.</p> <p>b) Sim - 2E, 14B e 31B.</p> <p>c) NA.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?</p> <p>b) Arredondamento e apresentação dos resultados.</p>	C	<p>a) Verificado o teste de fórmulas no LIMS, cálculos corretos. Resultado médio = 58,26 g/100g. O duplicado cumpre com o critério de repetibilidade (<0,26%).</p> <p>b) Os resultados são apresentados em percentagem (g/100g), com arredondamento às centésimas.</p>
<p>Recursos humanos (PGQ.01):</p> <p>a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada?</p> <p>b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?</p>	C	<p>a) Pasta de recursos humanos 1D:</p> <p>- IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK</p> <p>- IQ.25.2 Descrição de funções - OK</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>- IQ.26.0 Lista de competências - OK</p> <p>- Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14)</p> <p>- Certificado de habilitações - OK</p> <p>- CV - OK - Atualizado em 2015-03-09.</p> <p>b) A analista está qualificada para esta determinação.</p> <p>IQ.25 Descrição de funções (2015-01-15).</p> <p>IQ.26 Lista de competências (a analista adquiriu competência para este ensaio antes de junho de 2012).</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	C	<p>a) Sim.</p> <p>b) Durante o ano de 2016 apenas foi evidenciado um ECI - Dezembro de 2016 - Fapas (mixed fat spread) - Amostra n.º 2016/091547.</p> <p>c) NA.</p>
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?</p> <p>b) Os registos são corretamente efetuados?</p>	NC a)	<p>a) Segundo o AS-SOP-008: Statistical Process Control Charting Chemistry: "If a lab performs less than one hundred samples per year, then a control chart is not required. However, the</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 27 a 31 de janeiro 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 17189 (IDF 194:2003) – Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of fat content (Reference method).	
	C/NC/NA	
c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?		test must include a reference sample that has a known amount of the analyte" - Não foi evidenciado o cumprimento deste requisito. b) NA. c) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.7. ANEXO 7 – ISO 7238:2004 (IDF 104_2004) – BUTTER. DETERMINATION OF pH OF THE SERUM – POTENTIOMETRIC METHOD.


Resumo do processo:


A manteiga é aquecida num banho e submetida a centrifugação, formando-se duas fases. O soro é transferido para um gobelé de vidro e é realizada a leitura do pH.


Tabela 9 – Relatório de auditoria ao método ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. ISO 7238 - IDF 104:2004. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Laticínios – Normas ISO – Pasta 2 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2016-11-30.
O procedimento é seguido pelos analistas?	C	Na preparação da amostra, PAFQ.044 refere que em manteigas com matéria gorda inferior a 70% não é necessário ir ao banho, mas neste caso, por ser uma manteiga meio- gorda, e apesar de possuir 60% de matéria gorda, foi aquecida no banho, para facilitar a homogeneização.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
		Norma refere que o passo da separação do soro pode ser feita com centrifugação, durante 5 minutos, a aproximadamente 1500 rpm. Centrifuga foi programada para 2000 rpm e não está calibrada para 1500rpm.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	C	a) Amostra n.º 2017/04341 (Matéria-prima - Química - Manteiga meio-gorda) b) Lista de trabalho nº 2017/002486 c) Preparação da amostra: banho 9E; sonda de referência 110H (sonda associada ao equipamento encontrava-se avariada, tendo sido substituída pela sonda de referência 110H); Ensaio: balança 2A; banho 16J; sonda de trabalho 86CX; centrífuga 31A; câmara frigorífica 20B(1); sonda de trabalho 191BB; estufa refrigeradora 125; sonda de trabalho 86BN; potenciómetro 24E; eletrodo combinado 159Y.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método?	C	a) Não. b) NA.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados?</p> <p>b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).</p>	C	<p>a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo do equipamento: Banho 9E; balança 2A; massas 75, 76 e 183; banho 16J, sonda de trabalho 86CX, sondas de referência 110G e 110H; centrífuga 31A; câmara frigorífica 20B(1); sonda de trabalho 191BB, sonda de referência 102D; estufa refrigeradora 125; sonda de trabalho 86BN; potenciómetro 24E; elétrodo 159Y.</p> <p>b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.</p> <p>- Os equipamentos 9E, 2A, 75, 76 e 183, 16J, 110G, 110H, 102D, 31A, 125 e 24E têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).</p> <p>- Os equipamentos sondas de trabalho 86CX, 191BB e 86BN têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura).</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p>	NC b3)	<p>a1) Banho 9E</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Calibração: calibrado por EIA em 2016-06-29, certificado de calibração n.º 5068/16 emitido em 2016-07-06. Apto em 2016-07-19. Próxima calibração a 2017-06. Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento (2017-01-20) - OK. Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-12-29. c1) NA; d1) Sim. a2) Sonda 110H associada ao equipamento 9E (Nota: a sonda de trabalho 86DC, associada ao equipamento 9E não estava a funcionar corretamente no dia da auditoria e foi usada a sonda calibrada 110H). b2) Calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Calibração: calibrada por EIA em 2016-09-02, certificado de calibração


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
		<p>n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02. Apta em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09. Manutenção: equipamento limpo - OK c2) NA. d2) Sim. a3) Banho 16J b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas. Calibração: calibrado por EIA em 2016-10-04, certificado de calibração n.º 7971/16 emitido em 2016-10-05. Apto em 2016-11-04. Próxima calibração a 2017-10. Verificação: não foi evidenciada a Carta de controlo (IQ.112.5). Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2016-12-29. c3) NA; d3) Sim. a4) Sonda 86CX associada ao equipamento 16J b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
		<p>PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86CX: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apta em 2015-07-24. Próxima calibração a 2016-07; sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apta em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>Verificação: data de verificação: maio de 2016, próxima verificação a maio de 2017.</p> <p>Manutenção: equipamento limpo.</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim.</p> <p>a5) Estufa refrigeradora 125</p> <p>b5) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
		<p>procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: calibrada por EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3269/16 emitido em 2016-05-05. Apta em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05.</p> <p>Verificação: verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados (2017-01-20).</p> <p>Manutenção: verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-01-09.</p> <p>c5) NA. d5) Sim.</p> <p>a6) Sonda 86BN associada ao equipamento 125</p> <p>b6) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>Calibração: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86BN: sonda 110H calibrada pelo CATIM em 2015-06-28, certificado de calibração n.º LMT20155006297/20 emitido em 2015-06-28. Apta em</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
		2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06. Verificação: data de verificação: maio de 2016, próxima verificação a maio de 2017. Manutenção: equipamento limpo - OK c6) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d6) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	NA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas:	C	a1) Balança 2A b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
<p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>Calibração: calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º 3237/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>Verificação: verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-01-20).</p> <p>Manutenção: equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2A</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>- Massa de 1g (Ref interna: 183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 10g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
		Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva
		ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.
	C/NC/NA	
		<p>13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 100g (Ref interna: 75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	<p>NC</p> <p>b1) c2)</p>	<p>a1) Centrífuga Universal 1200 - 31A</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.08.0 Centrífuga.</p> <p>Calibração: calibrada por EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3250/16 emitido em 2016-05-06.</p> <p>Apta em 2016-06-05. Próxima calibração a 2017-05. (Nota: equipamento não está calibrado para as rotações referidas na norma, no entanto, norma refere que este procedimento é apenas um exemplo possível para a separação do soro).</p> <p>Manutenção: equipamento limpo.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Potenciómetro 24E (Crison, modelo GLP 21)</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
		<p>b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.12.3 Potenciómetro.</p> <p>Calibração externa: calibrado por SOQUILAB em 2016-09-22, certificado de calibração n.º 16.09.1035 emitido em 2016-09-22. Apto em 2016-09-28. Próxima calibração a 2017-09.</p> <p>Calibração interna: utilizado o Eléctrodo de líquidos 159Y. Verificado o impresso IQ.268.1 Controlo do declive da reta de calibração - Potenciómetro (2017-01-20) e o impresso IQ.50.9A Controlo dos parâmetros da reta de calibração (2017-01-20).</p> <p>Verificação: verificado o IQ.156.6 Verificação do potenciómetro (2017-01-20).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) IQ.268.1 Controlo do declive da reta de calibração - Potenciómetro, validado em 2013-10-09; IQ.50.9A Controlo dos parâmetros da reta de calibração e IQ.156.6 Verificação do potenciómetro, não validados (NC já</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
		detetada e registada - NC1129/Q/JAN17); d2) Sim a3) Eléctrodo de líquidos 159Y b3) MANUTENÇÃO: nível interno e externo do eletrólito conforme; superfície da membrana limpa. Limpeza efetuada com água desionizada à temperatura ambiente. c3) NA d3) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	C	a1) Solução-tampão pH=2,00 20°C: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes (F166) (lote: HC41586833); b1) Sim. a2) Solução-tampão pH=4,00: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes (F4) (lote: Q6B033106B); b2) Sim. a3) Solução-tampão pH=7,00 20°C: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes (F5) (lote: Q6B090236 B); b3) Sim.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	NC b) c)	a) Repetibilidade definida na norma. b) Atualização da precisão intermédia em curso c) Atualização da incerteza em curso.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra.	C	Determinação do pH do soro a) Amostra n.º 2016/070495 (Matéria- prima - Química - manteiga). b) Lista de trabalho n.º 2016/036893.

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.		c) Boletim analítico n.º 74683/EGI/16.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	NC b)	a) Sim. b) Não foi evidenciada a rastreabilidade aos equipamentos utilizados. c) NA.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	C	a) NA b) O resultado é apresentado com duas casas decimais e com a temperatura da realização do ensaio (na designação do ensaio).
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	C	a) Pasta de recursos humanos 1D: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - a analista não adquiriu competência para este ensaio porque o método se

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
		encontra em fase de implementação/validação. - Ficha de aptidão médica - OK (2016-12-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2015-03-19. b) A analista não está qualificada para esta determinação. Método em fase de implementação. De acordo com o definido no procedimento PGQ.01 Recursos Humanos: "Nota 8: quando um analista implementa e valida um novo método analítico, fica automaticamente qualificado para a realização do mesmo". IQ.25 Descrição de funções, Mónica Ferreira (2015-04-16).
Manutenção de competências: a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas? b) Duas participações por ano? c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?	C	a) Sim. b) Sim. Setembro de 2016 - DRRR (Manteiga) - Amostra n.º 2016/070495. c) NA.
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?	NA	Considerando que este método se encontra em fase de implementação/validação, não sendo ainda realizado para amostras de

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 20 de janeiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 7238:2004 (IDF 104:2004) – Butter – Determination of pH of the serum – Potentiometric method.	
	C/NC/NA	
b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?		clientes, o laboratório ainda não definiu um DPCS para este método.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.8. ANEXO 8 – REGULAMENTO (CEE) N.º 2568/91 - ANEXO X - DETERMINAÇÃO DOS ÉSTERES METÍLICOS DE ÁCIDOS GORDOS POR CROMATOGRAFIA EM FASE GASOSA.


Resumo do processo:


Dependendo do teor de ácidos gordos livres da amostra, pode ser necessário purificá-la previamente


Ao azeite ou óleos é adicionado heptano e solução metanólica de hidróxido de potássio, que promove a sua transesterificação, e após repousar até a solução ficar límpida, decanta-se a parte superior, obtendo-se os esteres metílicos dos ácidos gordos da amostra. De seguida, é determinada qualitativa e quantitativamente a composição da mistura de ésteres metílicos presentes na amostra, por cromatografia gasosa em coluna capilar.


Tabela 10 – Relatório de auditoria ao método Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	NC c)	a) Sim. b) Sim. Regulamento (CEE) n.º 2568/91, atualizado em 2016-10-11. c) O regulamento encontra-se em formato digital, na pasta eletrónica de documentação G:\Laboratorio\Mia\Legislação\Azeite. A informação definida no PGQ.03.4 Gestão da documentação: "No segundo dia útil de cada mês (...) procederem à atualização das pastas de legislação utilizadas na validação dos boletins analíticos" não se encontra atualizada, pois nesta


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		reunião também se procede à atualização da pasta eletrónica da legislação existente em MIA.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Analista não possui uma cópia integral do regulamento em papel, no entanto, este está disponível, em formato digital, na pasta eletrónica de documentação "Legislação" e atualizado com a data de 2016-10-11.
O procedimento é seguido pelos analistas?	NC a)	a) Foi constatado que as condições operatórias utilizadas, não correspondem às sugeridas no regulamento. Não foi evidenciado nenhum registo que defina as condições utilizadas.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.	C	a) Amostra n.º 2017/10594 (Matéria-Prima - Azeite) b) Lista de trabalho nº 2017/006287 c) Armazenamento do padrão de referência: frigorífico (C) 35P, sonda de trabalho 191W. Ensaio: Balança analítica 2B; balança eletrónica 38C; dispensador automático 49U; cromatógrafo gasoso 153; injetor automático 160-1; contaminados 59AN
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método?	C	a) Sim. Impresso IQ.87.3 Cálculo da composição em Ácidos Gordos na amostra.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?		b) IQ.87.3 Cálculo da composição em Ácidos Gordos na amostra, validado a 2016-04-02.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	C	a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo dos equipamentos: frigorífico 35P; sonda de trabalho 191W; sonda de referência 102D; balança analítica 2B; balança eletrónica 38C; massas 75, 76, 183 e 68; dispensador 49U; cromatógrafo gasoso 153; injetor automático 160-1, conta-minutos 59AN; cronómetro de referência 58. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos 102D, 2B, 38C, 75, 76, 183, 68 e 58 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - O equipamento 191W e 59AN têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados?	C	a1) Frigorífico 35P b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
<p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de Controlo (A) do equipamento - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-02-06.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Sonda 191W associada ao equipamento 35P</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191W: sonda 102D calibrada por EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7055/16 emitido em 2016-09-02. Apta em 2016-09-13. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: dezembro de 2016, próxima</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		verificação a Dezembro de 2017 (-18±3 °C). MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Volumes: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	NC b1) b3)	a1) Dispensador 49U b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.27.1 Dispensadores. VERIFICAÇÃO: Não foi evidenciada a verificação do equipamento para o volume de 2 ml de heptano no impresso IQ.227.4 Verificação dos dispensadores - FQ e MIA - última verificação realizada em 2016-05-20 para um volume de 5 ml. c1) NA. d1) NA. a2) Balão volumétrico de 100 ml b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. Lote: B-14. c2) NA. d2) Sim. a3) Pipeta graduada de 1 ml


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		<p>b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>Lote: G-08. (Nota: Não foi evidenciado o certificado de lote)</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Balança 2B</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3238/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-02-17).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) Sim. IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d1) Sim</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2B</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		<p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>- Massa de 1g (Ref interna: 183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 10g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 100g (Ref interna: 75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) Balança 38C</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º 3255/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		<p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-02-17).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c3) Sim. IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d3) Sim.</p> <p>a4) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 38C</p> <p>b4) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Massa de 10g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 100g (Ref interna: 75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 500g (Ref interna: 68): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7307/16, emitido por EIA em 2016-09-


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. c4) NA. d4) Sim.
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	<p>NC</p> <p>d1) d2)</p>	<p>a1) Cromatógrafo gasoso 153</p> <p>b1) MANUTENÇÃO: Manutenção é realizada pelo fornecedor. Manutenção prevista para 2017-03.</p> <p>c1) NA. d1) Não foi evidenciado o procedimento PEQ do equipamento, que defina a utilização, calibração, verificação e manutenção.</p> <p>a2) Injetor automático 160-1</p> <p>b2) NA.</p> <p>c2) NA. d2) Não foi evidenciado o procedimento PEQ do equipamento, que defina a utilização, calibração, verificação e manutenção.</p> <p>a3) Conta-minutos 59AN</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos (verificado a 2016-12-02).</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		<p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b4) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrado por EIA em 2016-07-20, certificado de calibração n.º 6056-16 emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>	<p>NC</p> <p>a2) a3)</p> <p>a4) a8)</p>	<p>a1) n-Heptano: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do heptano (D12) (lote: STBG3116V); b1) Sim.</p> <p>a2) Metanol: Não foi evidenciado o registo de controlo de reagentes no IQ.197.1 Controlo dos reagentes do metanol (D13) (lote: 16K294016); b2) Sim.</p> <p>a3) Solução de hidróxido de Potássio: Não foi evidenciado o registo de controlo de reagentes no IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		<p>de potássio (B6) (lote: 16F154108); b3) Sim.</p> <p>a4) Supelco 37 Component FAME Mix: Não foi evidenciado o registo de controlo de reagentes no IQ.197.1 Controlo dos reagentes do Supelco 37 Component FAME Mix (F244) (lote: XA16866V); b4) Sim.</p> <p>a5) Ar sintético: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis do ar sintético (lote: 1A64728328); b5) NA.</p> <p>a6) Hélio: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis do hélio (lote: 1A64726092); b6) NA.</p> <p>a7) Hidrogénio: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis do hidrogénio (lote: 1A64718090); b7) NA.</p> <p>a8) Coluna cromatográfica: Não foi evidenciado o registo de controlo de consumíveis no IQ.198.0 Controlo dos consumíveis. b8) Sim.</p>
<p>A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)?</p> <p>a) Repetibilidade.</p> <p>b) Precisão intermédia.</p> <p>c) Incerteza.</p>	<p>NC</p> <p>a) b) c)</p>	<p>a) Apesar de o regulamento definir a repetibilidade do COI/T.20/Doc. No 33. - Determination of fatty acid methyl esters by gas chromatography, esta não foi evidenciada no sistema informático.</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		b) Atualização da precisão intermédia em curso. c) Atualização da incerteza em curso.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	C	a) Amostra n.º 2017/09693 (Azeite virgem extra) b) NA. c) Boletim analítico n.º 12911/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?	C	a) NA. b) Foi evidenciada rastreabilidade ao cromatógrafo gasoso 153. c) Foi evidenciada rastreabilidade ao cromatograma e ao registo dos resultados no impresso IQ.87.3 Cálculo da composição em ácidos gordos na amostra.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?	C a2)	a1) A percentagem mássica de ésteres metílicos de cada ácido gordo corresponde ao resultado das respetivas áreas corrigidas, que são calculadas no impresso IQ.87.3 Cálculo da composição em ácidos gordos na amostra, validado a 2016-

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		<p>04-02, pela seguinte fórmula: Área corrigida = (Área obtida no cromatograma*100)/(Soma de todas as áreas).</p> <p>a2) Detetou-se que o analista transcreveu os resultados da coluna errada do IQ.87.3 para o sistema informático, ou seja, o analista, transcreveu os resultados da coluna "Área corrigida_%;décimas" quando deveria ter transcrito os resultados da coluna "Área corrigida_%;centésimas).</p> <p>b) Os resultados são apresentados em percentagem mássica de ésteres metílicos, com arredondamento às centésimas.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	C	<p>a) Pasta de recursos humanos 1D:</p> <ul style="list-style-type: none"> - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-14. <p>b) O analista está qualificado para esta determinação.</p> <p>IQ.25 Descrição de funções, Ricardo Reis (2016-02-05).</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 17 de fevereiro de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	Regulamento (CEE) n.º 2568/91 - Anexo X - Determinação dos ésteres metílicos de ácidos gordos por cromatografia em fase gasosa.	
	C/NC/NA	
		IQ.255 Matriz de qualificação inicial_competências (o analista adquiriu competência para este ensaio em 2016-08-03).
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	C	<p>a) Sim.</p> <p>b) Durante o ano de 2016 apenas foi evidenciado um ECI - Setembro de 2016 - Bipea (olive oil) - Amostra n.º 2016/063207.</p> <p>c) NA.</p>
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?</p> <p>b) Os registos são corretamente efetuados?</p> <p>c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?</p> <p>d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?</p>	NC a)	<p>a) Segundo o AS-SOP-008: Statistical Process Control Charting Chemistry: "If a lab performs less than one hundred samples per year, then a control chart is not required. However, the test must include a reference sample that has a known amount of the analyte" - Não foi evidenciado o cumprimento deste requisito.</p> <p>b) NA. c) NA. d) NA.</p>
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.9. ANEXO 9 – PAFQ.197.0 DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ.


Resumo do processo


A amostra é dissolvida e dependendo da cor do filtrado, é realizada uma titulação potenciométrica ou com fenoftaleína, em meio aquoso, com uma solução de hidróxido de sódio.


Tabela 11 – Relatório de auditoria ao método PAFQ.197.0 Determinação da acidez.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. PAFQ.197.0, atualizado a 2017-02-06. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas – Pasta 4 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2017-02-06.
O procedimento é seguido pelos analistas?	NC c)	a) Acompanhada a padronização da solução de NaOH, segundo a metodologia definida no procedimento PGL.06 Gestão de soluções.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
		<p>b) Filtrado apresentava uma coloração escura, no entanto foi possível observar o ponto de viragem, por titulação com indicador.</p> <p>c) O procedimento define o volume de filtrado entre 25 ml e 100 ml, no entanto não se encontra definido o volume mínimo de titulante aceitável.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) N.º da amostra.</p> <p>b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).</p> <p>c) N.º dos equipamentos utilizados.</p>	C	<p>a) Amostra n.º 2017/012801 (sangue)</p> <p>b) Lista de trabalho nº 2017/007515.</p> <p>c) Bureta A; Balanças 2F e 2G.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem impressos associados ao método?</p> <p>b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	C	<p>a) Sim. Impresso IQ.124.0B Padronização do Hidróxido de Sódio.</p> <p>b) Sim, IQ.124.0B, validado a 2015-09-03.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados?</p> <p>b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).</p>	C	<p>a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo dos equipamentos: bureta A; balanças 2F e 2G; massas 75, 76, 104 e 183.</p> <p>b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
		- Os equipamentos A, 2F, 2G, 75, 76, 104 e 183 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	NC b3)	<p>a1) Bureta A (10 ml)</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2015-07-15, certificado de calibração n.º 31792, emitido por Normax em 2015-07-</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?		<p>15, apta em 2015-07-20. Próxima calibração em 2018-07.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Balão volumétrico (250 ml)</p> <p>b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>lote A-14.</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) Pipeta volumétrica (25 ml)</p> <p>b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>lote HL-0523 - Não foi evidenciado o certificado de lote.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p>	C	<p>a1) Balança 2F</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
<p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>3241/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-03-01).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2F</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>- Massa de 5mg (Ref interna: 104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7290/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 1g (Ref interna: 183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
		<p>- Massa de 10g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 100g (Ref interna: 75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) Balança 2G</p> <p>b3) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-12-05, certificado de calibração n.º 10775/16, emitido por EIA em 2016-12-05, apta em 2017-01-18. Próxima calibração em 2017-12.</p> <p>(Nota: a etiqueta refere que a próxima calibração será realizada a 05-2018 porque é a data de calibração das outras balanças).</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
		<p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-03-01).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c3) Sim. IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d3) Sim.</p> <p>a4) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2G</p> <p>b4) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>- Massa de 5mg (Ref interna: 104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7290/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 1g (Ref interna: 183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 10g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
		<p>7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23.</p> <p>Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 100g (Ref interna: 75):</p> <p>Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apto em 2016-09-23.</p> <p>Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c4) NA; d4) Sim</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>	C	<p>a1) Solução de etanol a 95%: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (D9) (lote: 16I144002); b1) Sim.</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
		<p>a2) Fenoftaleína 1%: Sim.</p> <p>Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da fenoftaleína (E7) (lote: 0000.442511). Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (solução preparada a 2016-12-06);</p> <p>b2) Não foi evidenciado o certificado de lote deste reagente, pois como se trata de um lote antigo este já não se encontra nas instalações da empresa. No entanto a existência deste certificado de lote pode ser evidenciada na auditoria realizada em 2016-01 ao método NP 1712:1981 – Manteiga.</p> <p>Determinação da acidez total.</p> <p>a3) Solução de hidróxido de sódio 0,1N: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de sódio (B4) (lote: 16A080020). Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC (solução preparada a 2017-03-01).</p> <p>Verificado o IQ.124.0B</p> <p>Padronização o hidróxido de sódio (solução padronizada a 2017-03-01). b3) Sim.</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
<p>A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)?</p> <p>a) Repetibilidade.</p> <p>b) Precisão intermédia.</p> <p>c) Incerteza.</p>	C	
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) N.º da amostra.</p> <p>b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).</p> <p>c) N.º do boletim analítico.</p>	C	<p>Determinação da acidez</p> <p>a) Amostra n.º 2017/008358 (pão de leite).</p> <p>b) Lista de trabalho n.º 2017/006998.</p> <p>c) Boletim analítico n.º 10896/EGI/17.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>- Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso:</p> <p>a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)?</p> <p>b) Rastreabilidade aos equipamentos?</p> <p>c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?</p>	C	<p>a) Sim.</p> <p>b) Sim. 2F.</p> <p>c) Sim. Rastreabilidade ao registo do duplicado e DPCS.</p> <p>Nota: O duplicado rastreado na lista 2017/005537 não corresponde a este método. O duplicado existe na norma NP 1421. De salientar que a norma NP 1421 e o PAFQ.197 têm metodologias muito idênticas apenas diferenciando nas matrizes.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?</p>	NC	<p>a) Verificado o teste de fórmulas no LIMS, cálculos corretos.</p> <p>b1) Os resultados apresentam-se em g/100g de ácido láctico.</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
b) Arredondamento e apresentação dos resultados.		b2) Os resultados apresentam-se arredondados às decimas, no entanto o procedimento define que deveriam apresentar-se às centésimas.
<p>Recursos humanos (PGQ.01):</p> <p>a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada?</p> <p>b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?</p>	C	<p>a) Pasta de recursos humanos 1B:</p> <ul style="list-style-type: none"> - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-27. <p>b) A competência para este método foi atribuída em 2017-02-06, por equivalência à NP 1421. IQ.25 Descrição de funções, Elisabete Feiteira (2015-04-16).</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	C	<p>a) Sim.</p> <p>b) Março de 2017 - Bipea - Amostra n.º 2017/009871 (aguarda-se o relatório final).</p> <p>c) NA.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 1 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.197.0 Determinação da acidez.	
	C/NC/NA	
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?</p> <p>b) Os registos são corretamente efetuados?</p> <p>c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?</p> <p>d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?</p>	<p>NC</p> <p>c) d)</p>	<p>a) Sim. Powdered Beverage PR083-NOV16</p> <p>b) Sim.</p> <p>c) Não. RSD > 2% - 4,628%</p> <p>d) Não foi evidenciado o registo de não conformidade relativo ao rsd ser superior ao definido no SOP.08</p>
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.10. ANEXO 10 – PAFQ.206.0 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FÓSFORO TOTAL. ESPETROFOTOMETRIA DE ABSORÇÃO MOLECULAR.


Resumo do processo:


A amostra é carbonizada e o resíduo resultante incinerado e solubilizado em ácido. À solução é adicionado vanadomolíbico, que permite determinar a absorvância por espectrofotometria, a um comprimento de onda de 430 nm.


Tabela 12 – Relatório de auditoria ao método PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	NC b1) b2) b3)	a) Sim. b) Sim. PAFQ.206.0, atualizado a 2017-02-09. Durante a auditoria presencial foram detetados os seguintes erros no procedimento: b1) Parágrafo 6.2.12 Reagente vanadomolíbico: o volume da solução adicionada de monovanadato de amónio é de 200 ml e não de 100 ml. b2) Parágrafo 6.3.7 Gobelés de vidro de 250 ml e não de 125 ml. b3) Parágrafo 7.1 Impressos: IQ.76.AU Reta de calibração do fósforo - NP 874 e PAFQ.206 e não IQ.76.AU Reta de calibração do fósforo - NP 874 e PAFQ.197; IQ.265B Controlo dos parâmetros da reta de calibração - Fósforo - NP 874


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>e PAFQ.206 e não IQ.265B Controlo dos parâmetros da reta de calibração - Fósforo - NP 874 e PAFQ.197.</p> <p>Medir 200 ml (6.3.6) da solução de hepatamolibdato de amónio (6.2.9) para um balão volumétrico de 1000 ml. Adicionar 100 ml</p> <p>c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas – Pasta 4 e pasta eletrónica de documentação.</p>
<p>Os analistas têm acesso a uma cópia integral?</p> <p>A cópia está devidamente controlada?</p>	C	<p>Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2017-03-01.</p>
<p>O procedimento é seguido pelos analistas?</p>	NC b)	<p>a) Amostra preparada no dia 2017-03-02, de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise.</p> <p>b) Não foi evidenciada a utilização dos impressos IQ.76.AU Reta de calibração do fósforo - NP 874 e PAFQ.206 e IQ.265B Controlo dos parâmetros da reta de calibração - Fósforo - NP 874 e PAFQ.206, referidos no procedimento.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p>	C	<p>a) Amostra n.º 2017/013977 (cereais).</p> <p>b) Lista de trabalho nº 2017/008154.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º dos equipamentos utilizados.		c) Preparação da amostra: moinho granulador 121C. Ensaio: balança 2F, placas elétricas 51L e 51K, hotte 44C, mufla 34F, sonda de trabalho 123A, pipetor automático 64G, conta-minutos 59AA e espectrofotómetro 78C.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	C	a1) Impresso IQ.76.1A Reta de calibração geral FQ - Fósforo A.A. b1) Impresso IQ.76.1A validado a 2015-12-01. a2) Impresso IQ.77.2 Controlo dos declives. b2) Impresso IQ.77.2 validado a 2009-08-04. a3) Impresso IQ.83.2 Validação dos limiares analíticos. b3) Impresso IQ.83.2 validado a 2009-08-04. a4) Impresso IQ.85.1 Determinação dos limiares analíticos. b4) Impresso IQ.85.1 validado a 2009-08-11. a5) Impresso IQ.114.2 Validação do padrão de menor concentração. b5) Impresso IQ.114.2 validado a 2009-07-29.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	C	a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo dos equipamentos: moinho granulador 121C; balança 2F; massas 75, 76, 104 e 183; placas elétricas 51K e 51L, hotte 44C, anemómetro 131; mufla 34F, sonda de trabalho 123A, sonda de referência


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>122; pipetador automático 64G; conta-minutos 59AA; cronómetro de referência 58; espectrofotómetro 78C; filtro de hólmio 81.</p> <p>b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados.</p> <p>- Os equipamentos 2F, 75, 76, 104, 183, 34F, 122, 58 e 78C têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA).</p> <p>- Os equipamentos 123A e 59AA têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Temperaturas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	NC b3)	<p>a1) Placa elétrica 51L</p> <p>b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK.</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Placa elétrica 51K</p> <p>b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.01.0 Agitadores, placas e mantas. MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) Mufla 34F</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.20.0 Muflas e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada por EIA em 2017-01-18, certificado de calibração n.º ES-141TP-17 emitido em 2017-01-30. Apta em 2017-02-10. Próxima calibração a 2018-01. Nota: não foi evidenciada a calibração da mufla para a temperatura referida na norma (550 ± 20 °C), embora tenha sido regulada para essa temperatura.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos estão atualizados para o dia em que a mufla foi usada, no entanto, o intervalo da temperatura definida na carta de controlo utilizada não está de acordo com o intervalo definido no procedimento, ou seja, a analista registou a temperatura no IQ.112.5 no qual a temperatura definida é 525 ± 25 °C, quando a temperatura definida no procedimento é 550 ± 20 °C.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-02-08.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Sonda 123A associada ao equipamento 34F</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 123A: sonda 122 calibrada pelo CATIM em 2016-01-29, certificado de calibração n.º LMT20165000650/10 emitido em 2016-01-29. Apta a 2016-02-04. Próxima calibração a 2017-01.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: novembro de 2016, próxima verificação a novembro de 2017 (525±25 °C).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d4) Sim.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Pipetas graduadas</p> <p>b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>- 5 ml - lote: 0504.</p> <p>- 10 ml - lote: 0458.</p> <p>c1) NA; d1) Sim</p> <p>a2) Pipetas volumétricas</p> <p>b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>- 5 ml - lote: B-12.</p> <p>- 10 ml - lotes: C-14.</p> <p>- 15 ml - lote: F-14.</p> <p>- 20 ml - lote: D-15.</p> <p>- 100 ml - lotes: A-11.</p> <p>c2) NA; d2) Sim</p> <p>a3) Balões volumétricos</p> <p>b3) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>- 500 ml - lotes: D-13.</p> <p>- 1000 ml - lotes: D-14.</p> <p>c3) NA; d3) Sim.</p> <p>a4) Proveta de vidro</p> <p>b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro.</p> <p>- 100 ml - lote: 444.</p> <p>c4) NA; d4) Sim.</p> <p>a5) Pipetador automático 64G</p> <p>b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0</p> <p>Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>c5) NA. d5) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Balança 2F</p> <p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3241/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário - 2017-03-08.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) IQ.199.2B - Validado em 2016-02-23. d1) Sim.</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2F</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Massa de 5mg (Ref interna: 104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7290/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 1g (Ref interna: 183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 10g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. - Massa de 100g (Ref interna: 75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. <p>c2) NA. d2) Sim.</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Moinho granulador 121C</p> <p>b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise.</p> <p>VERIFICAÇÃO: verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras.</p> <p>MANUTENÇÃO: equipamento limpo - OK</p> <p>c1) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d1) Sim.</p> <p>a2) Hotte 44C</p> <p>b2) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.08 Verificação da velocidade do ar - Hottes e CFL - último registo a 2016-11-23. (Nota: constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação: 0,25-0,50 m/s. Não há evidência do registo desta não conformidade. Não conformidade</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>detetada e registada em auditoria anterior: 1132/Q/DEZ16).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p> <p>a3) Anemómetro 131</p> <p>b3) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Não foi evidenciada a verificação do anemómetro (verificação efetuada aquando da calibração externa da câmara de fluxo laminar). Não conformidade detetada e registada em auditoria anterior: 1092/Q/DEZ16).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c3) NA. d3) Não.</p> <p>a4) Conta-minutos 59AA</p> <p>b4) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos (verificado a 2016-04-29).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p> <p>a5) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b5) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrado por CATIM em 2015-06-16, certificado de calibração n.º LMGE20155006296/10 emitido em 2015-06-16. Apto em 2015-07-01. Próxima calibração a 2016-06.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c5) NA. d5) Sim.</p> <p>a6) Espectrofotómetro 78C</p> <p>b6) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.50.1 Espectrofotómetro UV/Vis.</p> <p>CALIBRAÇÃO: calibrado por SOQUILAB em 2016-09-22, certificado de calibração n.º 16.09.0904 emitido em 2016-09-22.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>Apto em 2016-09-28. Próxima calibração a 2017-09.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificação semanal da absorvância: verificado o registo gerado pelo equipamento (2017-03-10).</p> <p>Verificação mensal do filtro: verificado o IQ.165.4 Análise da verificação do espectrofotómetro com filtro de hólmio (2017-03-02).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c6) IQ.165.4 Análise de verificação do espectrofotómetro com o filtro de hólmio, validado a 2015-09-17. d6) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>	C	<p>a1) Carbonato de cálcio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do carbonato de cálcio (C33) (lote: 16K214137); b1) Sim.</p> <p>a2) Ácido nítrico: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido nítrico (H8) (lote: 16G294019); b2) Sim.</p> <p>a3) Solução de ácido nítrico: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC; verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido nítrico (H8) (lote: 16G294019) b3) Sim.</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>a4) Solução de ácido clorídrico 6N: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC; verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do ácido clorídrico (H7) (lote: 16J124017). b4) Sim.</p> <p>a5) Hidróxido de amónia 14 mol: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC; verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes da amónia (B5) (lote: 16A070509); b5) Sim.</p> <p>a6) Solução de heptamolibdato de amónio: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC; verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do molibdato de amónia tetrahidratado (C77) (lote: BCBR1023V); b6) Sim.</p> <p>a7) Solução de monovanadato de amónio: Sim. Verificado o IQ.210.2 Controlo da preparação Soluções/Placas de TLC; verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do monovanadato de amónia (C15) (lote: 15J230022); b7) Sim.</p> <p>a8) Dihidrogenofosfato de potássio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do dihidrogenofosfato de potássio (C98) (lote: AO383673 305); b8) Sim.</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		a9) Soluções para a verificação das absorvâncias do espetofotómetro UV/Vis: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do kit para verificação das absorvâncias do espetofotómetro UV/Vis (F245) (lote: HC69278658). b9) Sim.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	C	VM.060.0 - 2017-02-24 - Det fósforo (Detetou-se que no ponto 6.12 Conclusões: o limite de quantificação definido está errado. Por lapso consta 0,02 g/100g, e é 0,05 g/100g, tal como é indicado na gama de trabalho e no ponto 6.7 Limite de quantificação. Neste sentido vai ser efetuada uma emenda manuscrita.) a) Atualização da repetibilidade em curso. b) Atualização da precisão intermédia em curso. c) Atualização da incerteza em curso.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	C	a) Amostra n.º 2017/008075 (matéria-prima). b) Lista de trabalho n.º 2017/005024. c) Boletim analítico n.º 9516/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso:	C	a) Sim. b) Sim. Balança 2A, mufla 34D e espetrofotómetro 78C.

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
<p>a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)?</p> <p>b) Rastreabilidade aos equipamentos?</p> <p>c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de calibração, registos gerados pelos equipamentos)?</p>		<p>c) Sim. Verificado o registo gerado pelo espectrofotómetro, a lista de trabalho corretamente preenchida e o impresso IQ.76.1A Reta de calibração geral FQ - Fósforo A.A.</p>
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?</p> <p>b) Arredondamento e apresentação dos resultados.</p>	C	<p>a) Determinação de fósforo total</p> <p>Fósforo total = (teor de fósforo na solução da amostra em ensaio*500*fator de diluição*100)/(massa da toma*10⁶)</p> <p>(1)</p> <p>Teor de fósforo na solução da amostra em ensaio: 10,50390 µg/ml</p> <p>Fator de diluição: 2</p> <p>Massa da toma: 2,5010 g</p> <p>Fósforo total =</p> $(10,50390 \cdot 500 \cdot 2 \cdot 100) / (2,5010 \cdot 10^6)$ <p>= 0,42 g/100g</p> <p>(2)</p> <p>Teor de fósforo na solução da amostra em ensaio: 10,56220 µg/ml</p> <p>Fator de diluição: 2</p> <p>Massa da toma: 2,5006 g</p> <p>Fósforo total =</p> $(10,56220 \cdot 500 \cdot 2 \cdot 100) / (2,5006 \cdot 10^6)$ <p>= 0,42 g/100g</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
		<p>Resultado médio = 0,42 g/100g</p> <p>O duplicado cumpre com o critério de repetibilidade.</p> <p>b) O teor de fósforo total é expresso em g/100g e o resultado é apresentado com arredondamento às centésimas.</p>
<p>Recursos humanos (PGQ.01):</p> <p>a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada?</p> <p>b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?</p>	C	<p>a) Pasta de recursos humanos 1E:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Plano de formação inicial - OK. - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-12-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2017-02-06. <p>b) A competência para este método foi atribuída em 2017-02-09, por equivalência à NP 874.</p> <p>IQ.25 Descrição de funções, Rosa Célia Almeida (2015-04-16).</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora</p>	C	<p>a) Prevista a participação no ECI BIPEA Dietéticos de Março de 2017 (clinical nutrition cream).</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 8 a 16 de março de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.206.0 Determinação do teor de fósforo total. Espectrofotometria de absorção molecular.	
	C/NC/NA	
de limites estão registadas e tratadas?		
Daily Process Control Samples (DPCS): a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)? b) Os registos são corretamente efetuados? c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08? d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?	C	a) Sim, Infant Cereal - PR032-NOV16. b) Sim. c) RSD temporário = 2,48 < 5%. d) NA.
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.11. ANEXO 11 – PAFQ.215.0 DETERMINAÇÃO DE NITRITOS E NITRATOS. MÉTODO POR CROMATOGRAFIA IÓNICA.


Resumo do processo:


É realizada uma extração dos nitritos e nitratos da amostra e quantificação por cromatografia iónica com detetor de condutividade.


Tabela 13 – Relatório de auditoria ao método PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. PAFQ.215.0, atualizado a 2017-03-27. c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – PAFQ - Procedimentos relativos às Análises Físico-Químicas – Pasta 4 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2017-03-27.
O procedimento é seguido pelos analistas?	C	Amostra preparada em 2017-03-14 e armazenada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044 Métodos de preparação das amostras para análise.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).	C	a) Foi auditada uma amostra (boiled sausage - DRRR) durante o processo de validação do método. b) NA. c) Preparação e armazenamento da amostra: moinho granulador 121E;


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
c) N.º dos equipamentos utilizados.		frigorífico (C) 35H; sonda de trabalho 191L. Armazenamento do padrão: frigorífico 35A; sonda de trabalho 191J. Ensaio: balança 2B; banho ultra-sons 33; bomba de vácuo 28I; termómetro 19O; conta-minutos 59AO; banho 9D; sonda de referência 110G; micropipetas 82H, 82AM, 82AG; sistema de injeção 100-2; cromatógrafo iónico 100-1.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem impressos associados ao método? b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?	NC b2)	a1) Sim. Impresso IQ.166.2 Soluções de referência para a construção da reta de calibração. b1) Sim, IQ.166.2, validado a 2016-04-11. a2) Impresso IQ.76.0AU Reta de calibração dos nitritos e nitratos. b2) Não foi evidenciada a validação do impresso IQ.76.0AU. a3) Impresso IQ.77.2 Controlo dos declives. b3) Impresso IQ.77.2 validado a 2009-08-04. a4) Impresso IQ.83.2 Validação dos limiares analíticos. b4) Impresso IQ.83.2 validado a 2009-08-04. a5) Impresso IQ.85.1 Determinação dos limiares analíticos. b5) Impresso IQ.85.1 validado a 2009-08-11. a6) Impresso IQ.114.2 Validação do padrão de menor concentração. b6) Impresso IQ.114.2 validado a 2009-07-29.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	C	a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo dos equipamentos: moinho granulador 121E; frigoríficos 35A e 35H; sondas de trabalho 191J e 191L, sonda de referência 102D; balança 2B; massas 183, 75 e 76; banho ultra-sons 33; bomba de vácuo 28I; termómetro 190; sonda de referência 110G; conta-minutos 59AO; cronómetro de referência 58; banho 9D; micropipetas 82H, 82AG e 82AM; sistema de injeção 100-2; cromatógrafo iónico 100-1. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos 35A, 102D, 2B, 75, 76, 183, 110G, 58, 9D, 82H, 82AG e 82AM têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - O equipamento 191J, 191L, 190 e 59AO têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?	C	a1) Frigorífico 35H (congelador) b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
<p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de Controlo (A) do equipamento - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-03-09.</p> <p>c1) NA. d1) Sim</p> <p>a2) Sonda 191L associada ao equipamento 35H</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191L: sonda 102D calibrada por EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7055/16 emitido em 2016-09-02. Apta em 2016-09-13. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: março de 2017, próxima verificação a março de 2018 (-20±2 °C).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d2) Sim</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>a3) Frigorífico 35A</p> <p>b3) Calibração, utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.14.1 Frigoríficos e congeladores. Verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: calibrado por EIA em 2017-01-18, certificado de calibração n.º ES-142TP-17 emitido em 2017-02-02. Apto em 2017-02-10. Próxima calibração em 2018-01.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.111.5 Carta de Controlo (A) do equipamento - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-04-03.</p> <p>c3) NA. d3) Sim</p> <p>a4) Sonda 191J associada ao equipamento 35A</p> <p>b4) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: sonda de referência utilizada na verificação da sonda 191J: sonda 102D calibrada por CATIM em</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/10 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: junho de 2016, próxima verificação a junho de 2017 (4 ± 2 °C).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c4) IQ.259.1 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.1 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2017-01-17. d4) Sim</p> <p>a5) Termómetro 190</p> <p>b5) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: sonda de referência utilizada na verificação do termómetro 190: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apta em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: maio de 2016, próxima verificação a maio de 2017.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>c5) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d5) Sim.</p> <p>a6) Banho 9D</p> <p>b6) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrado por EIA em 2016-06-29, certificado de calibração n.º 5067/16 emitido em 2016-07-06. Apto em 2016-07-19. Próxima calibração a 2017-06.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificados os impressos IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento, para as temperaturas de 75º, 90º e 100º - OK.</p> <p>MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - OK</p> <p>c6) NA. d6) Sim.</p> <p>a7) Sonda 110G usada na verificação da temperatura do equipamento 9D (Nota: a sonda associada a este equipamento encontrava-se avariada)</p> <p>b7) Calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no</p>


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: calibrada por EIA em 2016-06-16, certificado de calibração n.º 4768/16 emitido em 2016-06-16. Apta em 2016-06-29. Próxima calibração a 2017-06.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c7) NA. d7) Sim.</p> <p>a8) Forno de colunas 100-2</p> <p>b8) CALIBRAÇÃO: evidenciada a calibração por EIA em 2017-03-29 - aguarda-se o certificado de calibração.</p> <p>c8) NA. d8) Ver d4) e d5) da auditoria presencial_Outros.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Micropipeta 82H</p> <p>b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2017-02-27, certificado de calibração n.º 04200, emitido por Frilabo em 2017-02-27, apto em 2017-03-03. Próxima calibração em 2017-06.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas (2017-04-03).</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>c1) IQ,127.0 Avaliação da calibração das micropipetas, validado em 2015-05-29 e IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas, validado em 2015-12-14. (Nota: foi evidenciada a validação do impresso IQ.45.0 e não do IQ.45.1, no entanto constatou-se que a diferença entre as duas revisões foi apenas na alteração dos cabeçalhos. As fórmulas do IQ.45.1 são as mesmas do IQ.40.0.)</p> <p>d1) Sim.</p> <p>a2) Micropipeta 82AG</p> <p>b2) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2017-01-31, certificado de calibração n.º 04192, emitido por Frilabo em 2017-01-31, apto em 2017-02-03. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Não foi evidenciada a verificação no impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas pois a micropipeta 82AG foi usada para dispensar aproximadamente 5 ml de filtrado para os polyvials, não sendo fundamental um volume exato.</p> <p>c2) IQ,127.0 Avaliação da calibração das micropipetas, validado em 2015-05-29 e</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas, validado em 2015-12-14. (Nota: foi evidenciada a validação do impresso IQ.45.0 e não do IQ.45.1, no entanto constatou-se que a diferença entre as duas revisões foi apenas na alteração dos cabeçalhos. As fórmulas do IQ.45.1 são as mesmas do IQ.40.0.)</p> <p>d2) Sim</p> <p>a3) Micropipeta 82AM</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.49.0 Micropipetas, pipetas descartáveis e pipetadores automáticos.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2017-01-30, certificado de calibração n.º 04086, emitido por Frilabo em 2017-01-30, apto em 2017-02-03. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas (2017-04-03).</p> <p>c3) IQ,127.0 Avaliação da calibração das micropipetas, validado em 2015-05-29 e IQ.45.1 Verificação diária das micropipetas, validado em 2015-12-14. (Nota: foi evidenciada a validação do impresso IQ.45.0 e não do IQ.45.1, no entanto constatou-se que a diferença entre as duas revisões foi apenas na</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		alteração dos cabeçalhos. As fórmulas do IQ.45.1 são as mesmas do IQ.40.0.) d3) Sim a4) Pipeta graduada de 5 ml b4) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. lote 0504. c4) NA. d4) Sim a5) Pipeta volumétrica de 20 ml b5) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. lote J-14. c5) NA. d5) Sim a6) Balão volumétrico b6) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. - 100 ml - lote: G-15. - 200 ml - lote: A-15. - 2000 ml - lote D-14. c6) NA. d6) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Massas: a) São utilizados os equipamentos adequados?	C	a1) Balança 2B b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
<p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3238/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apto em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-04-03).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) Sim. IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d1) Sim</p> <p>a2) Massas utilizadas na verificação diária da Balança 2B</p> <p>b2) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>- Massa de 1g (Ref interna: 183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 10g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		- Massa de 100g (Ref interna: 75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09. c2) NA. d2) Sim.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Outros: a) São utilizados os equipamentos adequados? b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados? c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados? d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?	NC d4) d5)	a1) Moinho granulador 121E b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.16.1 Homogeneizadores e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PAFQ.044.3 Métodos de preparação das amostras para análise. VERIFICAÇÃO: verificado o impresso IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras. MANUTENÇÃO: equipamento limpo - OK c1) IQ.271.2 Controlo da homogeneidade das amostras, validado em 2015-02-12. d1) Sim. a2) Conta-minutos 59AO b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo. CALIBRAÇÃO: Cronómetro de referência utilizado na verificação do conta-minutos: cronómetro nº 58.


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.1B Boletim de verificação interna - Conta minutos (verificado a 2016-12-02; próxima verificação em Dez-17).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) NA. d2) Sim</p> <p>a3) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b3) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrado por EIA em 2016-07-20, certificado de calibração n.º 6056-16 emitido em 2016-07-20. Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim</p> <p>a4) Cromatógrafo Iónico 100-2</p> <p>b4) NA.</p> <p>c4) NA; d4) Não foi evidenciado o procedimento PEQ do equipamento, que defina a utilização, calibração, verificação e manutenção.</p> <p>a5) Injetor automático 100-1</p> <p>b5) NA</p> <p>c5) NA; d5) Não foi evidenciado o procedimento PEQ do equipamento, que</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		defina a utilização, calibração, verificação e manutenção.
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis? b) Existem os certificados de lote?	NC b3)	a1) Solução de carbonato de sódio: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do carbonato de sódio anidro (C38) (lote: SZBF3530V). a1) Sim. a2) Soluções de calibração dos sete aniões: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do Dionex Seven Anion Standard II (F308) (lote: 23-147VY). Verificado o IQ.166.2 Controlo da preparação de soluções/Placas de TLC. b2) Sim. a3) Pré-coluna Dionex IonPac 50x4 mm: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis da Pré-coluna Dionex IonPac 50x4 mm (lote: 01517015). b3) Não foi evidenciado o certificado de lote. a4) Coluna Dionex IonPac 250x4 mm: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis da coluna Dionex IonPac 250x4 mm (lote: 01531158); b4) Sim. a5) Supressor Dionex AERS 500 4 mm: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis do Supressor Dionex AERS 500 4 mm (n.º de série 161031017); b5) Sim. a6) Inguard Ag: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis de Dionex InGuard Ag 9x24 mm (lote: 170307-Ag); b6) Sim.

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		a7) InGuard H: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis de Dionex InGuard H 9x24 mm (lote: 160608-H); b7) Sim. a8) Hélio: Sim. Verificado o IQ.198.0 Controlo dos consumíveis do hélio (lote: 1A64717799). b8) NA.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	NC	VM.068.1, em atualização.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	C	Determinação de nitritos e nitratos a) Amostra n.º 2017/017169 (boiled sausage). b) NA. c) Boletim analítico nº 16717/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de	C	a) Sim. b) Sim. Balança 2B, banho 9D, cromatógrafo iónico 100. c) Sim. Rastreabilidade ao registo das soluções de referência para a construção da reta de calibração, da curva de calibração e do registo gerado pelo cromatógrafo iónico.

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)? b) Arredondamento e apresentação dos resultados.	NC b1) b2)	<p>Ci - concentração de nitrato na amostra determinada pela curva de calibração, expressa em mg/l</p> <p>V - volume final da solução de extração, expresso em ml</p> <p>F - fator de diluição</p> <p>m - massa da toma, expressa em g</p> <p>a1) Determinação de nitritos: Concentração de nitritos = $(C_i \times V \times F)/m \times 1,500$ (1) $C = (0,117505457 \times 200 \times 1)/10,2804 = 2,2860 \approx 2,29 \text{ mg/kg}$ (2) $C = (0,017346384 \times 200 \times 1)/11,1516 = 0,3111 \approx 0,31 \text{ mg/kg}$</p> <p>Resultado médio: 1,3 mg/kg < LQ Nota: os cálculos não consideram a conversão em nitrito de sódio.</p> <p>a2) Determinação de nitratos: Concentração de nitratos = $(C_i \times V \times F)/m \times 1,371$ (1) $C = (1,054130034 \times 200 \times 1)/10,2804 = 20,5076 \approx 20,51 \text{ mg/kg}$ (2) $C = (1,109394206 \times 200 \times 1)/11,1516 = 19,8966 \approx 19,90 \text{ mg/kg}$</p> <p>Resultado médio: 20,2 mg/kg</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>Nota: os cálculos não consideram a conversão em nitrato de sódio.</p> <p>b1) Os resultados apresentam-se em mg de nitrito de sódio por kg de amostra, com uma casa decimal.</p> <p>Os cálculos não consideram a conversão em nitrito de sódio. O resultado obtido está apresentado em mg de nitrito por kg de amostra.</p> <p>b2) Os resultados apresentam-se em mg de nitrato de sódio por kg de amostra, com uma casa decimal no caso do resultado estar compreendido entre 3 e 99,9 mg/kg e com zero casas decimais caso o resultado esteja compreendido entre 100 e 275 µg/kg.</p> <p>Os cálculos não consideram a conversão em nitrato de sódio. O resultado obtido está apresentado em mg de nitrato por kg de amostra.</p>
Recursos humanos (PGQ.01): a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada? b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?	C	a) Pasta de recursos humanos 1C: - IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK - IQ.25.2 Descrição de funções - OK - IQ.26.0 Lista de competências - OK - Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14) - Certificado de habilitações - OK - CV - OK - Atualizado em 2017-01-31. b) A analista está qualificada para esta determinação.

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
		<p>IQ.25 Descrição de funções, Laura Sousa (2015-04-16).</p> <p>IQ.255 Matriz de qualificação inicial (a analista adquiriu competência para este ensaio em 2017-03-29).</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	C	<p>a) Sim.</p> <p>b) Sim. Janeiro de 2016 - Silliker (Alimentos para animais) - Amostra n.º 2016/003733. Fevereiro de 2016 - Bipea (Alimentos para animais) Amostra n.º 2016/005698. Abril de 2016 - Bipea (Alimentos para animais) Amostra n.º 2016/022763. Maio de 2016 - Bipea (Alimentos para animais) Amostra n.º 2016/030045. Setembro de 2016 - Bipea (Alimentos para animais) Amostra n.º 2016/063168.</p> <p>c) NC 282/Q/Abril2016, fechada a 2016-07-15 por LF.</p>
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?</p> <p>b) Os registos são corretamente efetuados?</p> <p>c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?</p> <p>d) As não conformidades geradas por DPCS fora de</p>	NA	<p>Este método ainda não é realizado para amostras de cliente.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: 3 e 4 de abril de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	PAFQ.215.0 Determinação de nitritos e nitratos. Método por cromatografia iónica.	
	C/NC/NA	
limites/tendências estão registadas e tratadas?		
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		


9.12. ANEXO 12 – EN ISO 1736:2008 – DRIED MILK AND DRIED MILK PRODUCTS. DETERMINATION OF FAT CONTENT. GRAVIMETRIC METHOD (REFERENCE METHOD).


Resumo do processo:


Uma solução etanólica amoniacal é extraída com éter dietílico e éter de petróleo. Os solventes são evaporados por destilação e a gordura é determinada por gravimetria.


Tabela 14 – Relatório de auditoria ao método ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
Método/norma: a) Existe? b) Está atualizado? c) Está devidamente controlado?	C	a) Sim. b) Sim. ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). c) Sim. IQ.148.1 (Índice) – Laticínios – Normas ISO – Pasta 2 e pasta eletrónica de documentação.
Os analistas têm acesso a uma cópia integral? A cópia está devidamente controlada?	C	Cópia controlada com a analista (na capa das cópias das normas e procedimentos), registada no IQ.11.6 - Fotocópias de documentos e/ou registos originais, com a data de 2016-12-02.
O procedimento é seguido pelos analistas?	NC c)	a) Amostra (leite em pó) foi preparada no dia 2017-04-28 e encontrava-se armazenada à temperatura ambiente, segundo a metodologia definida no PAFQ.044.4 Métodos de preparação das amostras para análise, em vez de estar armazenada a uma temperatura


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>entre 2-6°C, como é referido na norma.</p> <p>b) Para realizar a extração foram usados provetas de extração, em vez de balões de extração Mojonier. As provetas de extração são graduadas, desta forma, não foram usadas provetas para a adição dos reagentes éter dietílico e éter de petróleo.</p> <p>c) Não foi evidenciado o cumprimento da massa da toma definida na norma. De acordo com a matriz, preparado de leite em pó magro, a massa da toma deveria ser de 1,500g, no entanto a analista pesou 1,124g.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) N.º da amostra.</p> <p>b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável).</p> <p>c) N.º dos equipamentos utilizados.</p>	C	<p>a) Amostra n.º 2017/030302 (Preparado - lácteo em pó magro).</p> <p>b) Lista de trabalho nº 2017/016208.</p> <p>c) Estufa 14B, sonda de trabalho 86X, banho 9E, sonda de trabalho 86DT, termómetro 19N, balanças 2E e 38A, hotte 44B, conta-minutos 59H.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem impressos associados ao método?</p> <p>b) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p>	C	<p>a1) Sim. Impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos. b1) IQ.23.2D, validado a 2017-04-21.</p> <p>a2) IQ.142.5 Registo de ensaios em brancos. b2) IQ.142.5, validado a 2016-06-21.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): a) Os registos dos equipamentos usados estão atualizados? b) Ver se existem etiquetas de identificação, calibração e verificação (se aplicável).	C	a) Sim. Verificado o impresso IQ.13.3 Ficha de registo dos equipamentos: balanças 2E e 38A; massas 68, 75, 76, 104 e 183; termómetro 19N, banho 9E, sonda de trabalho 86DT; estufa 14B; sonda de trabalho 86X, sondas de referência 110G e 110H; hotte 44B; anemómetro 131; conta-minutos 59H; cronómetro de referência 58. b) Todos os equipamentos estão devidamente identificados. - Os equipamentos 2E, 38A, 68, 75, 76, 104 e 183, 9E, 14B, 110G, 110H e 58 têm etiquetas de calibração (IQ.146.3 Confirmação do EMA). - Os equipamentos 19N, 86X, 86DT e 59H têm etiquetas de verificação (IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.222.0 Verificação dos equipamentos de contagem de tempo).
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria): - Temperaturas: a) São utilizados os equipamentos adequados?	C	a1) Estufa 14B b1) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.13.1 Estufas e verificação realizada de acordo com o definido no


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
<p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada por EIA em 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3245/16 emitido em 2016-05-05.</p> <p>Apto em 2016-06-15. Próxima calibração a 2017-05.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de equipamento - última manutenção realizada em 2017-05-02.</p> <p>c1) NA; d1) Sim</p> <p>a2) Sonda 86X associada ao equipamento 14B</p> <p>b2) Calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Sonda de referência utilizada na verificação da sonda 86X: sonda 110H calibrada por EIA em 2016-09-02, certificado de calibração n.º 7056/16 emitido em 2016-09-02.</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
	<p>Apto em 2016-09-13. Próxima calibração a 2017-09.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: novembro de 2016, próxima verificação a novembro de 2017 (verificação realizada a 102 ± 1 °C).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09; d2) Sim</p> <p>a3) Termómetro 19N</p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: sonda de referência utilizada na verificação do termómetro 19N: sonda 110G calibrada por CATIM em 2015-07-16, certificado de calibração n.º LMT20155007196/20 emitido em 2015-07-16. Apto em 2015-07-24. Próxima calibração em 2016-07.</p>	


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>VERIFICAÇÃO: Data de verificação: maio de 2016, próxima verificação a maio de 2017 (65 ± 1 °C).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c3) IQ.259.0 Verificação interna - Sondas de temperatura e IQ.260.0 Registos das verificações internas - Temperaturas, validados em 2013-04-09. d3) Sim.</p> <p>a4) Banho 9E</p> <p>b4) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.05.3 Banhos e verificação realizada de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada por EIA em 2016-06-29, certificado de calibração n.º 5068/16 emitido em 2016-07-06. Apto em 2016-07-19. Próxima calibração a 2017-07.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.112.5 Carta de Controlo (B) do equipamento - os registos encontram-se atualizados.</p> <p>MANUTENÇÃO: Verificado o impresso IQ.35.1 Manutenção de</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>equipamento - última manutenção realizada em 2017-04-27.</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p> <p>a5) Sonda 86DT associada ao equipamento 9E</p> <p>b5) Manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PCE.08.3 Medição e monitorização das temperaturas.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c5) NA. d5) Não.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Volumes:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Pipeta graduada</p> <p>b1) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. lote 0458 (10 ml).</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Pipeta volumétrica</p> <p>b2) Utilização e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.07.0 Material volumétrico de vidro. lote H-14 (50 ml).</p> <p>c2) NA. d2) Sim.</p>
Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):	C	a1) Balança 38A


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
<p>- Massas:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>		<p>b1) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-02, certificado de calibração n.º 3254/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-05-02). MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c1) Sim. IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d1) Sim</p> <p>a2) Balança 2E</p> <p>b2) Utilização, calibração, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem. CALIBRAÇÃO: Calibração efetuada no dia 2016-05-03, certificado de calibração n.º 3240/16, emitido por EIA em 2016-05-05, apta em 2016-06-15. Próxima calibração em 2017-05. VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.199.2B Verificação interna de balanças Diário (2017-05-03/04).</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
	<p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c2) Sim. IQ.199.2B, validado em 2016-02-23. d2) Sim.</p> <p>a3) Massas utilizadas na verificação diária da balança 2E e 38A</p> <p>b3) Utilização e calibração realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.36.2 Instrumentos de pesagem.</p> <p>CALIBRAÇÃO:</p> <p>- Massa de 0,5 g (Ref interna: 104): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7290/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 1 g (Ref interna: 183): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7305/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 10 g (Ref interna: 76): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7309/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p>	


 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>- Massa de 100 g (Ref interna: 75): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>- Massa de 500 g (Ref interna: 68): Calibração efetuada no dia 2016-09-13, certificado de calibração n.º 7306/16, emitido por EIA em 2016-09-13, apta em 2016-09-23. Próxima calibração em 2017-09.</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>- Outros:</p> <p>a) São utilizados os equipamentos adequados?</p> <p>b) Os registos das calibrações, verificações e manutenções (se aplicável) estão atualizados?</p> <p>c) Se existem impressos com cálculos automáticos, estes estão devidamente validados?</p> <p>d) As operações de calibração, verificação e manutenção são efetuadas de acordo com o procedimento?</p>	C	<p>a1) Hotte 44B</p> <p>b1) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33.0 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o impresso IQ.08 Verificação da velocidade do ar</p> <p>- Hottes e CFL - último registo a 2016-09-14. (Nota: constatou-se que foram obtidos valores fora do limite de aceitação: 0,25-0,50 m/s. Não há evidência do registo desta não conformidade). Não conformidade detetada e registada em auditoria anterior: 1132/Q/DEZ16).</p>


 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c1) NA. d1) Sim.</p> <p>a2) Anemómetro 131</p> <p>b2) Verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.33 Hottes, câmaras de fluxo laminar e anemómetro.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Não foi evidenciada a verificação do anemómetro (verificação efetuada aquando da calibração externa da câmara de fluxo laminar). Não conformidade detetada e registada em auditoria anterior: 1092/Q/DEZ16).</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo - OK</p> <p>c2) NA. d2) Não.</p> <p>a3) Conta-minutos 59H</p> <p>b3) Utilização, verificação e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>VERIFICAÇÃO: Verificado o IQ.54.0B Boletim de verificação interna - Conta minutos (verificado a 2017-01-13).</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
		<p>Próxima verificação em janeiro de 2018.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c3) NA. d3) Sim.</p> <p>a4) Cronómetro de referência n.º 58</p> <p>b4) Utilização, calibração e manutenção realizadas de acordo com o definido no procedimento PEQ.09.0 Equipamentos metrológicos de contagem de tempo.</p> <p>CALIBRAÇÃO: Calibrada por EIA em 2016-07-20, certificado de calibração n.º 6056-16 emitido em 2016-07-20.</p> <p>Apto em 2016-07-28. Próxima calibração a 2017-07.</p> <p>MANUTENÇÃO: Equipamento limpo – OK</p> <p>c4) NA. d4) Sim.</p>
<p>Auditoria presencial (amostra analisada no dia da auditoria):</p> <p>a) Existem os registos de controlo de reagentes/soluções/consumíveis?</p> <p>b) Existem os certificados de lote?</p>	C	<p>a1) Hidróxido de Amónia: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do hidróxido de amónia (B5) (lote: 16A070509). b1) Sim.</p> <p>a2) Etanol Absoluto: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do etanol absoluto (D9) (lote: 16L214006). b2) Sim.</p> <p>a3) Éter dietílico: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do</p>

 RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
		éter dietílico (D8) (lote: STBG5676V). b3) Sim. a4) Éter de petróleo: Sim. Verificado o IQ.197.1 Controlo dos reagentes do éter de petróleo (D2) (lote: 17A124041). b4) Sim.
A validação do método está atualizada (≤ 5 anos)? a) Repetibilidade. b) Precisão intermédia. c) Incerteza.	NC b) c)	a) Repetibilidade definida na norma. b) Precisão intermédia atualizada em 2009. c) Incerteza atualizada em 2009.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): a) N.º da amostra. b) N.º da lista de trabalho (quando aplicável). c) N.º do boletim analítico.	C	a) Amostra n.º 2016/007181 (leite em pó gordo). b) NA. c) Boletim analítico n.º 12450/EGI/17.
Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído): - Lista de trabalho (quando aplicável) ou impresso: a) Corretamente preenchida (rúbrica do analista e sem emendas não controladas)? b) Rastreabilidade aos equipamentos? c) Rastreabilidade aos registos de controlo da qualidade (duplicados, DPCS, curvas de	C	a) NA. b) Sim - 38A, 2E, 9E, 14B. c) Rastreabilidade ao DPCS submetido; verificado o impresso IQ.23.2D Determinação de matéria gorda - Lácteos e ovos (2017-02-06); IQ.197.1 Controlo de reagentes, certificados de lote dos reagentes e IQ.142.5 Registos dos ensaios em branco (hidróxido de amónia (B5) - 16A070509; etanol absoluto (D9) - 16E194007; éter dietílico (D8) -

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
calibração, registos gerados pelos equipamentos)?		STBG4499V; éter de petróleo (D2) - 16J214010); IQ.112.5 Carta de controlo do banho 9E e estufa 14B e IQ.199.2B Verificação interna de balanças - Diário (2017-02-13).
<p>Auditoria vertical (amostra com ensaio concluído):</p> <p>a) Os cálculos estão corretos (verificar o teste de fórmulas no LIMS ou nos impressos associados)?</p> <p>b) Arredondamento e apresentação dos resultados.</p>	C	<p>a) Determinação de matéria gorda</p> <p>Matéria gorda = ((massa do copo e gordura - massa do copo) - (massa do copo e gordura do branco - massa do copo do branco)) / massa da toma x 100</p> <p>(1) Matéria gorda = ((40,4955-40,2088) - (44,1983-44,1983)) / 1,098 x 100 ≈ 26,1111 g/100g</p> <p>(2) Matéria gorda = ((44,7187-44,4332) - (44,1983-44,1983)) / 1,092 x 100 ≈ 26,1447 g/100g</p> <p>Resultado médio = 26,125 g/100g.</p> <p>O duplicado cumpre com o critério de repetibilidade (0,03<0,20g/100g).</p> <p>b) Os resultados são apresentados em percentagem (g/100g), com arredondamento às centésimas.</p>
<p>Recursos humanos (PGQ.01):</p> <p>a) A documentação dos recursos humanos (pastas em papel) está atualizada?</p>	C	<p>a) Pasta de recursos humanos 5:</p> <p>- IQ.24.2 Plano de formação inicial - OK</p> <p>- IQ.25.2 Descrição de funções - OK</p> <p>- IQ.26.0 Lista de competências - OK</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
b) Existem registos da qualificação inicial e descrição das funções?		<p>- Ficha de aptidão médica - OK (2016-09-14)</p> <p>- Certificado de habilitações - OK</p> <p>- CV - OK - Atualizado em 2015-03-09.</p> <p>b) A analista está qualificada para esta determinação.</p> <p>IQ.25 Descrição de funções, Maria de Fátima Santos (2015-01-15).</p> <p>IQ.255 Matriz de qualificação inicial de competências (analista adquiriu competência para este ensaio antes de junho de 2012).</p>
<p>Manutenção de competências:</p> <p>a) Existem ensaios de comparação interlaboratorial (ECI's) ou amostras cegas?</p> <p>b) Duas participações por ano?</p> <p>c) As não conformidades geradas por ECI ou amostras cegas fora de limites estão registadas e tratadas?</p>	C	<p>a) Sim.</p> <p>b) Sim. Janeiro de 2016 - Bipea Diéticos - Amostra n.º 2016/000337. Abril de 2016 - Silliker Infant Milk - Amostra n.º 2016/027199. Janeiro de 2017 - Bipea Diéticos - Amostra n.º 2017/000862.</p> <p>c) NA.</p>
<p>Daily Process Control Samples (DPCS):</p> <p>a) Existem amostras diárias de controlo de processo (DPCS)?</p> <p>b) Os registos são corretamente efetuados?</p>	C	<p>a) Sim, Milk Powder Rose Gottlieb Fat - PR056-NOV16.</p> <p>b) Sim.</p> <p>c) RSD = 0,51 < 1%.</p> <p>d) NA.</p>

 <p>RELATÓRIO AUDITORIA TÉCNICA - QUÍMICA</p>	Data da auditoria: de 2 a 8 de maio de 2017	
	Auditoras: Edite Martins e Liliana Silva	
	ISO 1736:2008 (IDF 9:2008). Dried milk and dried milk products - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method).	
	C/NC/NA	
<p>c) O Z-Score e o desvio padrão relativo (rsd) estão de acordo com o definido no SOP.08?</p> <p>d) As não conformidades geradas por DPCS fora de limites/tendências estão registadas e tratadas?</p>		
C - Conforme; NC - Não conforme; NA – Não aplicável		